

**Argamassas com resíduos de materiais cimentícios de
diferentes finuras**

Gonçalo Carvalho Neto

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em

Engenharia Civil

Orientadores:

Professor José Alexandre de Brito Aleixo Bogas

Professor Manuel Francisco Costa Pereira

Júri

Presidente: Professora Maria Cristina de Oliveira Matos Silva

Orientador: Professor José Alexandre de Brito Aleixo Bogas

Vogal: Professor Augusto Martins Gomes

Maio de 2019

Declaração

Declaro que o presente documento é um trabalho original da minha autoria e que cumpre todos os requisitos do Código de Conduta e Boas Práticas da Universidade de Lisboa.

Argamassas com resíduos de materiais cimentícios de diferentes finuras

Gonçalo Carvalho Neto

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em

Engenharia Civil

Dissertação elaborada no âmbito do Projecto FCT EcoHydB

Eco – efficient hydraulic binders produced from waste cement – based materials

Task 2 – Production and characterization of recycled rehydrated cement

Projeto FCT PTDC/ECI-CON/28308/2017



FCT Fundação
para a Ciência
e a Tecnologia

Agradecimentos

A realização da presente dissertação foi o culminar do trabalho durante um ano. Assim sendo, existem algumas pessoas a quem se torna necessário registar o meu agradecimento pelo apoio dado, nomeadamente:

- Aos Professores José Alexandre De Brito Aleixo Bogas e Manuel Francisco Costa Pereira pela orientação, conhecimento transmitido, apoio incansável, tempo perdido, empenho e disponibilidade demonstrada ao longo deste período de tempo. Agradecer ainda pelos equipamentos facultados e auxílio na realização dos ensaios, tanto no laboratório de materiais de construção do departamento de Engenharia Civil como no laboratório de Mineralogia e Petrologia, ambos presentes no Instituto Superior Técnico;
- A Professora Mafalda Guedes pelo auxílio na realização das análises termogravimétrica e SEM;
- Aos Sr. Pedro Costa e Sr. Francisco Almeida, técnicos do laboratório de materiais de construção, pelo apoio no manuseamento e instruções de alguns equipamentos;
- Ao Sr. Fernando Ferrinha, técnico responsável pela oficina de vidros no pavilhão interdisciplinar (IST) pela disponibilidade do forno utilizado para termo-ativação dos cimentos;
- Aos meus Pais, Família e Amigos pelo apoio incondicional que me deram em todas as circunstâncias.

Resumo

As crescentes preocupações ambientais relacionadas com o consumo excessivo de recursos naturais, geração e deposição de resíduos em aterro, e aumento preocupante de emissões de gases de estufa, conduzem à procura de um novo rumo para a produção e renovação dos materiais de construção.

O principal objetivo do presente trabalho consiste na produção de cimento reciclado a partir de pastas suficientemente hidratadas, representativas de matrizes de betão existentes, e posterior avaliação da sua eficiência mecânica em argamassas. Para tal, desenvolveu-se um programa experimental que envolveu o tratamento inicial de resíduos de pastas e a sua termo-ativação. Os produtos foram caracterizados por difração de raios x, termogravimetria e com recurso ao microscópio eletrónico de varrimento. Procedeu-se depois à produção e caracterização no estado fresco e endurecido de argamassas produzidas com diferentes incorporações do cimento reciclado. No trabalho considerou-se também a influência da temperatura de termo-ativação, do grau de finura do cimento reciclado e da composição da argamassa.

Foi possível demonstrar a reatividade potencial da pasta de cimento inicialmente hidratada e sujeita a termo-ativação, alcançando-se cimentos reciclados de classes de resistência semelhantes às dos cimentos Portland normal (CPN), mas envolvendo uma produção mais sustentável e associada a menores emissões de CO₂.

Palavras-chave

Argamassas com cimento reciclado, cimento reciclado, reidratação, resistência mecânica, termo-ativação.

Abstract

Growing environmental concerns about excessive consumption of natural resources, the generation and disposal of landfills, and a worrying increase in greenhouse gas emissions lead to a new direction for the production and updating of building materials.

The main objective of the present work is the production of recycled cement from sufficiently hydrated pastes, representative of existing concrete matrices, and subsequent evaluation of its mechanical efficiency in mortars. To this end, an experimental program was planned, initially involving the treatment of pulp residues, the second evaluation of the material through X-ray diffraction and thermogravimetry, its thermo-activation and the production and characterization in the fresh state and hardened from mortars produced with different incorporations of the recycled cement. In the work is still considered the influence of the thermo-activation temperature, the degree of fineness of the recycled cement and the composition of the mortar.

It was possible to demonstrate the potential reactivity of cement paste initially hydrated and that were subjected to high thermos-activation temperatures, reaching recycled cements of resistance classes similar to those of normal Portland cement (NPC), but more sustainable and associated with less emissions.

Keywords

Mechanical strength, mortars with recycled cement, recycled cement, rehydration, thermos-activation.

Índice geral

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	Considerações gerais	1
1.2	Objetivos e metodologias	1
1.3	Organização do trabalho	2
2	ESTADO DA ARTE	4
2.1	Problemas ambientais do betão	4
2.2	Potencialidades da reciclagem do betão	4
2.3	Fabrico e propriedades do cimento Portland	5
2.4	Constituintes maioritários do clínquer	6
2.5	Hidratação do cimento Portland	7
2.6	Presença e endurecimento	8
2.7	Produtos de hidratação do cimento Portland	9
2.8	Influência das altas temperaturas nos produtos de hidratação do cimento.	10
2.9	Reidratação dos produtos hidratados do cimento	12
2.10	Produção de cimento termicamente ativado	15
3	CAMPANHA EXPERIMENTAL	18
3.1	Descrição geral da campanha experimental	18
3.2	Pasta de origem	19
3.2.1	Cimento	19
3.2.2	Produção da pasta de origem	20
3.2.3	Caracterização da pasta de origem	21
3.3	Produção de cimento reciclado	21
3.3.1	Britagem e moagem da pasta de origem	21
3.3.2	Peneiração do material moído	23
3.3.3	Análise termogravimétrica	24
3.3.4	Análise de difração de raio-x	25
3.3.5	Ativação térmica do cimento moído	25
3.3.6	Análise de cimentos reciclados e argamassas com recurso a MEV	28

3.4	Produção de pasta e argamassas	30
3.4.1	Materiais	30
3.4.2	Composição de argamassas	32
3.4.3	Amassadura, moldagem e cura das argamassas	34
3.5	Caracterização das pastas e argamassas no estado fresco	36
3.5.1	Pasta de consistência normal e tempos de presa	36
3.5.2	Índice de expansibilidade	37
3.5.3	Calor de hidratação	38
3.5.4	Espalhamento	38
3.5.5	Massa volúmica fresca e teor de vazios	39
3.6	Caracterização das argamassas no estado endurecido	39
3.6.1	Resistência à flexão	39
3.6.2	Resistência à compressão	40
4	APRESENTAÇÃO, ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	41
4.1	Análise termogravimétrica do cimento hidratado	41
4.2	Difração de raio x (DRX) do cimento tratado e termo-ativado	44
4.3	Caracterização do cimento termo-ativado.	47
4.3.1	Consistência normal	47
4.3.2	Tempo de início e fim de presa	48
4.3.3	Índice de expansibilidade	50
4.3.4	Análise do pH do material termicamente ativado.	51
4.3.5	Evolução do calor de hidratação do cimento reciclado	51
4.4	Caracterização de argamassas no estado fresco	53
4.4.1	Massa volúmica fresca	54
4.4.2	Ensaio de espalhamento	55
4.5	Caracterização das argamassas no estado endurecido	58
4.5.1	Resistência mecânica das argamassas	58
4.5.2	Incorporação de diferentes percentagens de cimento reciclado	59
4.5.3	Influência da relação a/l	61
4.5.4	Evolução da resistência dos cimentos reciclados	64
4.5.5	Influência da temperatura de termo-ativação do cimento reciclado	65
4.5.6	Influência da finura do cimento reciclado	68
4.6	Análise de argamassas de cimentos reciclados com recurso a MEV	69
5	CONCLUSÕES	76
5.1	Considerações finais	76
5.2	Conclusões gerais	76
5.3	Desenvolvimentos futuros	79
6	BIBLIOGRAFIA	80

ANEXOS	84
A.1 Designação simplificada dos constituintes maioritários do Clínquer	84
A.2 Análise DRX que complementa a literatura.	85
A.3. Curvas granulométricas das areias fina e grossa e respetivas análises granulométricas.	85
A.4. Misturadora utilizada na produção de pastas e argamassas.	86
A.5. Aparelho de <i>Vicat</i> utilizada para obtenção da consistência normal de pastas e tempos de presa.	86
A.6. Esquema do aparelho de <i>Le Châtelier</i> utilizado para determinação do índice de expansibilidade.	87
A.7. Difração de raio X (DRX)	87
A.8. Resultados das resistências à compressão e flexão e respetivos coeficientes de variação.	88
A.9. Resistência à compressão e à flexão para idades dos 3 aos 28 dias para argamassas produzidas com a/l=0,40.	91

Índice de Figuras

Figura 2.1: Análise TG/DTG para a pasta de cimento NT com a/l=0,50. Adaptado de Wang et al (2018). #1: 120°C, #2:450°C, #3:750°C e #4:1150°C.....	11
Figura 2.2: Ensaio DTG para os diferentes materiais obtidos. Adaptado de Angulo et al (2013).....	12
Figura 2.3: Resistência à compressão e relação a/l necessárias em função da temperatura. Adaptado de Shui et al (2009).....	13
Figura 2.4: Análise TG/DTG em função da temperatura de desidratação. Adaptado de Wang et al (2018), #1-120°C, #2-450°C, #3-750°C e #4-1150°C e OPC o cimento Portland ordinário.....	16
Figura 3.1: a) Britadeira de maxilas utilizada; b) Entrada dos provetes na britadeira.....	22
Figura 3.2: Partículas de PO após britagem.....	22
Figura 3.3: A) Moinho de rolos; B) Moinho de bolas.....	23
Figura 3.4: Agitador eletromagnético <i>Matest</i> e respectivos peneiros utilizados na peneiração.....	23
Figura 3.5: Análise granulométrica do material após peneiração (NT).....	24
Figura 3.6: Equipamento utilizado para a realização do ensaio de DRX.....	25
Figura 3.7: Forno horizontal <i>Termocontrol 3PR</i> utilizado para a desidratação do cimento hidratado. .	25
Figura 3.8: Perda de massa de diferentes amostras de cimento termoativado a diferentes temperaturas quando sujeito a distintos tempos de residência em mufla.....	26
Figura 3.9: Análise granulométrica a laser do material FP e CP.	27

Figura 3.10: Análise em microscópio eletrônico de cimento Portland normal (à esquerda) e cimento reciclado não tratado, NT (à direita). Imagens a 5000x, 20000x e 50000x.....	28
Figura 3.11: Análise em microscópio eletrônico de cimento reciclado tratado a 700°C com granulometria grossa, CP (à esquerda) e granulometria fina, FP (à direita). Imagens a 5000x, 20000x e 50000x. ...	29
Figura 3.12: Provetes produzidos com material de dimensões inferiores a 45 µm termicamente ativado a 400°C e 700°C.....	35
Figura 3.13: Equipamento para os ensaios à flexão e compressão.	40
Figura 4.1: Análise termogravimétrica do material não tratado com dimensões entre 45 µm e 125 µm e do cimento Portland ordinário utilizado.	42
Figura 4.2: Análise de fluxo de calor (HF) e do fluxo de calor diferencial (dHF) para o cimento não tratado (NT).	43
Figura 4.3: DRX dos seguintes cimentos: Cimento proveniente da Secil, 400FP, 500FP, 600FP, 700FP, 700CP, 800FP, 900FP, pasta original após hidratada. Legenda: ◆ - Portlandite, ∇ - CaO, ∅ - Brownmillerite, ⊕ - Gismonite, ⊗ - Larnite, □ - Etringite, • - Silicatos de cálcio hidratados, ◇ - Calcite, σ - silicatos de cálcio.	44
Figura 4.4: Distância à placa de base em função da duração dos tempos de início e fim de presa. ...	49
Figura 4.5: Indicadores de pH para as pastas produzidas material CP e CPN.	51
Figura 4.6: Taxa de libertação de calor de hidratação ao longo do tempo para pastas de a/l de 0,70 produzidas com cimento de referência ou com material FP tratado a 700°C	52
Figura 4.7: Calor de hidratação acumulado ao longo do tempo para pastas de a/l de 0,70 produzidas com cimento de referência ou com material FP tratado a 700°C.....	52
Figura 4.8: Resultados das massas volúmicas frescas para cada composição.	55
Figura 4.9: Resultados dos espalhamentos obtidos em função da composição de cada argamassa..	56
Figura 4.10: Resistências mecânicas para as argamassas de igual trabalhabilidade: 100%CEM.CN, 80%CEM+20%CP.CN, 50%CEM+50%CP.CN e 100%CP.CN.....	60
Figura 4.11: Resistência mecânicas relativas para argamassas de igual trabalhabilidade: 100%CEM.CN, 80%CEM+20%CP.CN, 50%CEM+50%CP.CN e 100%CP.CN.	60
Figura 4.12: Resistências mecânicas para as argamassas produzidas com a/l=0,58: 100%CEM.MW, 80%CEM+20%CP.MW,50%CEM+50%CP.MW e 100%CP.MW.	62
Figura 4.13: Resistências mecânicas relativas para as argamassas produzidas com a/l=0,58: 100%CEM.MW, 80%CEM+20%CP.MW,50%CEM+50%CP.MW e 100%CP.MW	62
Figura 4.14: Resistências mecânicas para argamassas produzidas com a/l=0,40: 100%CEM.LW, 80%CEM+20%CP.LW e 50%CEM+50%CP.LW.....	62
Figura 4.15: Resistências mecânicas relativas para argamassas produzidas com a/l=0,40. 100%CEM.LW, 80%CEM+20%CP.LW e 50%CEM+50%CP.LW	63
Figura 4.16: Resistência à compressão aos 28 dias, para argamassas com diferentes percentagens de substituição, variando a relação a/l.	63
Figura 4.17: Resistências mecânicas ao longo do tempo, para argamassas produzidas com igual trabalhabilidade: 100%CEM.CN, 80%CEM+20%CP.CN, 50%CEM+50%CP e 100%CP.	64

Figura 4.18: Resistências mecânicas ao longo do tempo de ensaio, para argamassas produzidas com a/l=0,58: 100%CEM.MW, 80%CEM+20%CP.MW, 50%CEM+50%CP.MW e 100%CP.MW.....	65
Figura 4.19: Resistências mecânicas para as argamassas produzidas com menor granulometria: 400FP; 500FP; 600FP; 700FP; 800FP; 900FP; 100%CEM.HW.....	66
Figura 4.20: Análise TG/DTG do material tratado termicamente a 700°C (FP).	67
Figura 4.21: Resistências mecânicas para argamassas produzidas com diferentes finuras e a/l, tratadas a 700°C.....	68
Figura 4.22: Observação em microscópio eletrônico de argamassas produzidas com cimento reciclado de granulometria fina (FP) tratado a 600 °C (à esquerda) e a 700 °C (à direita). Ensaio em argamassas com 3 dias de idade com a/c de 0,67.....	70
Figura 4.23: Análise de EDS em algumas regiões selecionadas das amostras de argamassa com cimento reciclado tratado a 700 °C de granulometria fina, FP, com 3 dias de idade.....	73
Figura 4.24: Análise de EDS em algumas regiões selecionadas das amostras de pasta com cimento tratado a 700 °C de granulometria fina, FP, com 3 dias de idade e a/c de 0,67.	74
Figura 4.25: Observação em microscópio eletrônico de argamassas produzidas com cimento Portland normal. Ensaio em argamassas com 3 dias de idade com a/c de 0,67.	75

Índice de Tabelas

Tabela 2.1: Picos perdedores de massa da análise termogravimétrica. Adaptado de Xinwei et al (2010).	15
Tabela 2.2: Valores da resistência à compressão para a relação a/l=0,7.....	17
Tabela 3.1: Ensaio realizado para cimentos reciclados e argamassas.....	19
Tabela 3.2: Características físicas e químicas do CEM I 42,5 R.	20
Tabela 3.3: Resistência média à compressão, fcm, aos 28 dias da pasta de origem.	21
Tabela 3.4: Frações granulométricas dos materiais produzidos, após a introdução no forno.	27
Tabela 3.5: Características dos agregados a utilizar	30
Tabela 3.6: Principais propriedades físicas e químicas dos cimentos reciclados.....	31
Tabela 3.7: Massas volúmicas presentes na norma LNEC E64 (1979).....	31
Tabela 3.8: Massa volúmica e baridade dos ligantes utilizados na produção de argamassas.....	32
Tabela 3.9: Composições utilizadas por litro, para a formulação de argamassas com os seus respetivos constituintes.	33
Tabela 3.10: Percentagem de perda de massa por evaporação para os diferentes tipos de cimento reciclado.	34
Tabela 3.11: Número de provetes utilizados em cada idade para os ensaios de resistência mecânica.	35
Tabela 4.1: Percentagens de CaO existentes nos materiais CEM e NT.	42

Tabela 4.2: Percentagens de CaO e de CH para diferentes temperaturas de tratamento de cimento reciclado.	43
Tabela 4.3: Tempos de presa e teores de água das consistências normais das várias pastas	48
Tabela 4.4: Resultados obtidos no ensaio de expansibilidade.	51
Tabela 4.5: Resultados dos ensaios de massa volúmica, espalhamento e volumes de vazios	54
Tabela 4.6: Valores médios das resistências à compressão e à flexão e coeficientes de variância aos 28 dias das argamassas produzidas [MPa].	59
Tabela 4.7: Percentagem em massa de cada um dos principais elementos químicos de interesse identificados nas regiões de análise identificadas na Figura 4.23.	71
Tabela 4.8: Percentagem em massa de cada um dos principais elementos químicos de interesse identificados nas regiões de análise identificadas na Figura 4.24.	72

Simbologia e abreviaturas

a/l – Relação água ligante

A.R – Argamassa de referência

CP – Material proveniente do forno com dimensões compreendidas entre 45 μm e 125 μm .

CPN – Cimento Portland normal

CN – Consistência normal

CV – Coeficiente de variância

dHF – Fluxo de calor diferencial

DRX – Difração de raio X

f_{cm} – Valor médio da resistência à compressão de argamassas

f_{ctm} – Valor médio da resistência à flexão de argamassas

$f_{cm}\%CP/f_{cm}A.R$ – Resistência à compressão relativa entre argamassas produzidas com incorporações de material CP em relação à argamassa de referência

$f_{ctm}\%CP/f_{ctm}A.R$ – Resistência à flexão relativa entre argamassas produzidas com incorporações de material CP em relação à argamassa de referência

FP – Material proveniente do forno com dimensões menores que 45 μm

HF – Fluxo de calor

MEV – Microscópio eletrônico de varrimento.

NT – Material não tratado com dimensões compreendidas entre 45 μm e 125 μm

PO – Pasta de origem

TG – Análise termogravimétrica

1 Introdução

1.1 Considerações gerais

As crescentes preocupações ambientais relacionadas com o consumo excessivo de recursos naturais, geração e deposição de resíduos em aterro, e aumento preocupante de emissões de gases de estufa, conduzem à procura de um novo rumo para a produção e renovação dos materiais de construção.

Paralelamente, o betão, que ainda é e continuará a ser nos próximos anos o material de construção mais utilizado do mundo, tem uma elevada importância ambiental. Para além do recurso a elevadas quantidades de matérias-primas e geração de uma fatia importante dos resíduos atuais de construção, é responsável pela emissão de mais de 5% do total de emissões de CO₂ gerada pelo homem (Scrivener, 2004). A maior parte destas emissões, cerca de 90% segundo Wang et al (2018), resulta da produção de cimento, com maior ênfase para a etapa relativa ao processamento térmico de matérias-primas para a produção de clínquer. Assim, em face das novas exigências ambientais com a taxação elevada que se prevê no futuro próximo para o nível de emissões geradas para o ambiente, urge encontrar novas alternativas para a produção de cimentos de baixo consumo de dióxido de carbono, que não limitem à incorporação de adições minerais, cuja solução já atingiu valores próximos da otimização.

Neste aspeto, na última década, em particular nos últimos 5 anos, tem se procurado desenvolver cimentos reciclados resultantes da termo-ativação de resíduos de betão, aproveitando-se o facto de se conhecer a capacidade de resistência do betão quando exposto à ação do fogo.

O assunto é bastante jovem e restrito ao meio contemporâneo, existem ainda escassos trabalhos de investigação que explorem esta capacidade de reciclagem do cimento. No entanto, o seu potencial pode ser elevado, justificando-se a sua crescente investigação. Entre outros destacam-se os trabalhos de Alonso e Fernandez (2004), Shui et al (2009), Xinwei et al (2010), Wang et al (2018), Zhang et al (2018) e Bogas et al (2019) que estudam a eficiência da incorporação de cimento reciclado em pastas.

No Departamento de Engenharia Civil do Instituto Superior Técnico foi iniciada, em 2016, uma linha de investigação preocupada com o estudo, caracterização e aplicação de cimentos reciclados, encontrando-se atualmente em desenvolvimento um projeto de reciclagem neste domínio, que envolve vários investigadores. É precisamente neste âmbito e integrado nesta equipa que foi desenvolvido o presente trabalho, tendo-se definido os principais objetivos no próximo ponto.

1.2 Objetivos e metodologias

O principal objetivo do presente trabalho consiste na produção de cimento reciclado a partir de pastas suficientemente hidratadas, representativas de matrizes de betão existentes, e posterior avaliação da sua eficiência mecânica em argamassas, quando incorporada em diferentes percentagens de

substituição de cimento Portland normal (CPN). Este objetivo expande-se no âmbito das diretrizes gerais definidas no projeto de investigação em que se enquadra o presente trabalho, que visam a produção de cimentos reciclados de baixo carbono mais sustentáveis.

Para tal, foi previsto um programa experimental que envolve numa primeira fase o tratamento de resíduos de pastas e a sua termo-ativação e numa segunda etapa a produção e caracterização de argamassas produzidas com diferentes incorporações do cimento reciclado. No trabalho é ainda considerada a influência da temperatura de termo-ativação, do grau de finura do cimento reciclado e da composição da argamassa.

Inicialmente foram produzidas as pastas de origem (PO), que foram armazenadas durante cerca de 120 dias até atingirem níveis suficientemente elevados de hidratação. Posteriormente, procedeu-se à moagem das pastas e termo ativação do cimento moído a diferentes temperaturas de ativação, entre 400°C e 900°C. Nesta fase, foram produzidos cimentos de granulometria fina, inferiores a 45 µm (FP) e granulometria mais grosseira, entre 45 e 125 µm, visando avaliar a influência deste parâmetro na eficiência do cimento reciclado.

Em seguida, procedeu-se à caracterização dos cimentos reciclados em termos da sua exigência de água, expansibilidade, desenvolvimento de calor de hidratação e composição mineralógica (com recurso a difração raio x).

Finalmente, foram produzidas argamassas variando vários parâmetros, como: diferentes percentagens de incorporação de cimento reciclado (20, 50 e 100%), diferentes temperaturas de tratamento térmico dos cimentos reciclados (400-900°C) e graus de finura do ligante (CP, FP). Estas argamassas foram avaliadas no estado fresco (massa volúmica e espalhamento) e no estado endurecido (resistência à compressão e flexão). Para completar foram ainda efetuadas análises em microscópio de varrimento eletrónico (MEV), para melhor avaliação dos produtos de hidratação gerados após reidratação dos cimentos reciclados. Para efeitos de comparação, são também caracterizadas argamassas de referência produzidas apenas com CPN.

1.3 Organização do trabalho

O trabalho foi organizado em quatro capítulos, para além da introdução e referências bibliográficas, incluindo ainda uma seção destinada aos anexos, onde se apresentam os vários resultados obtidos na campanha experimental, de forma detalhada.

O capítulo do estado da arte, ou capítulo 2, remete para uma revisão dos principais estudos que já se realizaram no domínio em que se insere este trabalho. Começa por se realçar os problemas associados à produção de betão e da indústria do cimento. Em seguida, faz-se uma breve referência ao processo de fabrico do cimento Portland, os seus produtos e reações de hidratação e ainda como ocorre a presa e o endurecimento deste ligante. Depois é abordado o comportamento do betão sujeito a elevadas temperaturas, a alteração química dos produtos de hidratação e a capacidade de reidratação do

cimento. Finalmente são apresentados alguns dos principais estudos realizados por outros autores relativos à utilização de cimentos reciclados.

No capítulo 3, designado por campanha experimental descreve-se o trabalho experimental planeado para a presente dissertação. Após uma breve descrição da campanha experimental são indicados os vários procedimentos que foram adotados para a produção da pasta de origem, moagem e termo ativação do cimento, caracterização de cimentos reciclados e composição, produção e caracterização no estado fresco e endurecido das argamassas.

No capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados obtidos na campanha experimental, nomeadamente envolvendo os seguintes ensaios: difração de raio x (DRX), termogravimetria, tempos de presa, consistências normais, calor de hidratação, espalhamento, massa volúmica, índice de expansibilidade, resistências mecânicas e MEV.

Finalmente, no capítulo 5 apresentam-se as principais conclusões obtidas no trabalho, bem como algumas sugestões para a realização de futuros estudos neste domínio de investigação.

2 Estado da Arte

Neste capítulo descreve-se a literatura que fundamentou a realização do trabalho experimental. Inicialmente abordam-se os problemas ambientais relacionados com o betão e as suas potencialidades de reaproveitamento, apresentando-se sumariamente o fabrico do cimento, os seus principais constituintes, presa, endurecimento e os produtos de hidratação obtidos. Na parte final focam-se os processos que visam o tratamento térmico do cimento, reidratação e conseqüente produção de argamassas.

2.1 Problemas ambientais do betão

São utilizados inúmeros materiais na indústria da construção, no entanto é o betão que se destaca como o mais solicitado. A sua produção torna-se uma fonte de preocupações ambientais, pois envolve a extensa extração de matérias-primas, o elevado consumo de recursos energéticos não renováveis, as emissões de gases de efeito de estufa e a produção de resíduos de construção e demolição.

Segundo Scrivener et al (2008) o betão é também o material de construção que mais dióxido de carbono emite, cerca de 5 a 8% das emissões totais de gases de efeito de estufa, o que é uma percentagem extremamente elevada. Gursel et al (2014) reportam que em média produz-se anualmente uma tonelada de betão, por pessoa. Já foram apresentadas propostas de redução de CO₂ por diversas entidades, no entanto, as partes por milhão (ppm) de gases prejudiciais para a atmosfera continuam a subir devido ao aumento do sector construção em várias zonas geográficas.

Dentro de todos os constituintes do betão, destaca-se o cimento como o principal responsável pela maior percentagem de emissões. Segundo a associação europeia do cimento (CEMBUREAU, 2016) a China produz cerca de 51,9% da produção de cimento mundial, esta entidade refere também que de 2005 até 2016 existiu um aumento global desta indústria em cerca de 80%.

Esforços recentes foram realizados para um desenvolvimento sustentável. O resultado foi a implementação de regulamentos ambientais exigentes e acordos internacionais relevantes. De acordo com a Directiva 2009/29/CE, o Conselho Europeu assumiu um compromisso de reduzir as emissões de gases em 30% abaixo dos níveis de 1990 até 2020 e 60-80% até 2050.

2.2 Potencialidades da reciclagem do betão

É cada vez mais importante procurar soluções que potenciem a reciclagem dos resíduos de construção. Uma opção passa pela inclusão de programas de testes a longo prazo, que visem alterar os requisitos padrão existentes para cimentos e betão reciclado.

Já foram implementados procedimentos industriais para a produção de cimentos com baixa emissão de CO₂, essencialmente envolvendo três estratégias principais: combustíveis alternativos; novas

tecnologias; cimentos misturados com substituições de clínquer. A captura e o armazenamento de carbono também são investigados, no entanto a sua implementação ainda tem que superar as enormes limitações de barreiras técnicas e financeiras.

Dentro das substituições de clínquer, já foram exploradas algumas opções, de onde se destaca: o uso de adições, betão realizado com agregados reciclados e produção de argamassas a partir de cimento reciclado. A introdução de adições é um reaproveitamento de grandes quantidades de subprodutos que seriam introduzidos na natureza sob forma de poluição. As incorporações deste tipo de materiais numa constituição somente de cimento Portland normal (CPN), promovem a produção de um cimento com um menor nível de emissões, em comparação com o CPN. Ogbeide (2010) reporta ainda algumas vantagens associadas a estas percentagens de substituição: elevada resistência aos sulfatos, maior endurecimento inicial, grandes resistências iniciais e ainda um baixo calor de hidratação. Os autores Owaid et al (2012) afirmam que as principais adições de uso recorrente na indústria cimentícia são as escórias de alto forno, a sílica de fumo, as cinzas volantes, o material pozolânico e o uso de filler calcário.

Como indicado em 2.1, a produção de cimento é a etapa da indústria do betão que mais contribui para a poluição atmosférica, sendo uma das mais abordada pelos autores. Kajaste e Hurme (2016) estudaram a hipótese de substituição de um determinado teor de clínquer por componentes minerais. Quando se comparam os gastos energéticos deste processo com o que seria necessário para igual quantidade somente de CPN, verifica-se uma menor emissão de CO₂.

2.3 Fabrico e propriedades do cimento Portland

O CPN é proveniente de matérias primas como calcários e margas. Após a extração do material rochoso das pedreiras procede-se a britagem, que visa homogeneizar o material em termos de dimensões. De seguida realiza-se a moagem, de onde se obtém um material denominado cru, suscetível de algumas correções de acordo com a composição apresentada. Armazena-se este material em silos, que posteriormente será introduzido nas torres de ciclones, onde ocorre o seu aquecimento gradual do topo até à base, até que se dê a sua entrada no forno. O cru circula em contra corrente dentro de um forno rotativo com as seguintes características específicas: entre 50 e 150 metros de comprimento, inclinação de 3 a 5% e 0,5 a 4,5 rotações por minuto. Ocorrem várias reações principais no forno, de onde se destaca o acontecimento a cerca de 900°C, chamado de calcinação e que se entende como a decomposição do carbonato de cálcio CaCO₃ em óxido de cálcio (CaO, cal) e se liberta CO₂. Para temperaturas mais elevadas, na ordem dos 1400°C a 1500°C, ocorre a reação do óxido de cálcio com sílica, alumina e óxido de ferro, formando-se assim o chamado de clínquer, que sai do lado contrário do forno. É nesta etapa do processo que ocorre o maior gasto energético, assim como uma elevada percentagem de emissões de gases prejudiciais à atmosfera.

O procedimento atrás descrito é o de mais corrente utilização para obtenção do clínquer e é vulgarmente conhecido como via seca. Por outro lado, existe também a via húmida, onde o processo se realiza de igual maneira, com a particularidade da matéria prima ser moída com água, chegando ao

forno na forma de lama ou de pasta. A via húmida tem a particularidade de exigir um elevado consumo energético na eliminação da água de mistura.

Coutinho (1988) demonstra no seu estudo que várias reações ocorrem durante o período em que o material se encontra no forno:

1. Aos 100°C liberta-se a água livre, por evaporação;
2. Por volta dos 450°C a água química evapora, este tipo de água encontra-se no interior das partículas e está normalmente contido nas argilas;
3. Aos 800°C ocorre a desidratação final dos materiais argilosos, com saída da água de constituição;
4. Numa gama de temperaturas que se situa entre os 700°C e os 900°C ocorre a decomposição dos carbonatos, isto é, formam-se os compostos óxidos de cálcio (CaO) e óxidos de magnésio (MgO);
5. Para o intervalo entre os 900°C e os 1200°C, o óxido de cálcio (CaO) reage gradualmente com a sílica (SiO₂) com a alumina, formando-se dois constituintes maioritários do clínquer, o silicato bicálcico (C₂S) e o aluminato tricálcico (C₃A), respetivamente. No caso de existirem óxidos de ferro, forma-se também o ferro aluminoferrato tetracálcico (C₄AF).
6. No intervalo entre 1250°C e 1450°C começa a surgir a fase líquida, também conhecida por fase de fusão, onde existe a reação do silicato bicálcico com o CaO, originando o constituinte maioritário do CPN, o silicato tricálcico (C₃S). É nesta etapa que se consome a maior parte da energia, devido à particularidade de a maioria das reações que ocorrem serem endotérmicas.
7. Após o ponto anterior o clínquer encontra-se formado, e assim sendo implementa-se um arrefecimento acelerado, com o objetivo de evitar a cristalização da fase líquida em C₃A e em C₄AF, garantindo-se ainda a estabilização do C₃S e do C₂S.

Designaram-se os constituintes pelas suas abreviaturas, no entanto, a maneira mais detalhada de se referir é a seguintes: C₃S corresponde a 3CaO.SiO₂, C₂S corresponde a 2CaO.SiO₂, C₃A corresponde a 3CaO.Al₂O₃ e por fim C₄AF corresponde a 4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃.

Como foi apresentado por Coutinho (1988), apenas 20% do material efetivamente se funde, os restantes 80% têm as suas reações químicas de transformação no estado sólido. A velocidade das reações que ocorrem na fase sólida está dependente de vários parâmetros, nomeadamente a finura do material, a natureza química das matérias e a duração do período interno no forno. Este autor atribui também valores às proporções dos constituintes maioritários disponíveis no clínquer, onde o silicato tetracálcico ocupa um teor de aproximadamente 20 a 65% do total, o silicato bicálcico a 10 a 55%, o aluminato tricálcico 0 a 15% e para finalizar o aluminoferrato tetracálcico tem um teor de 5 a 15% no total do clínquer.

2.4 Constituintes maioritários do clínquer

Os constituintes responsáveis pela garantia de resistência no cimento são os silicatos. O silicato tricálcico garante uma maior resistência inicial, pois é um material extremamente reativo, sendo o

composto que nos primeiros dias atribui as propriedades mecânicas a um cimento. Ainda que o C_3S não seja relevante para a resistência ao ataque químico do cimento, este composto produz grandes quantidades de hidróxido de cálcio enquanto é hidratado, garantindo assim a alcalinidade necessária para passivar as armaduras no interior do betão.

O silicato bicálcico apresenta todas as características do tricálcico, com a exceção de a sua velocidade de hidratação ser mais lenta, garantindo desta maneira que as propriedades mecânicas a longo prazo estão asseguradas, fenómeno que acontece porque a sua reatividade é bastante gradual e prolongada, sendo também indispensável a longo prazo.

O aluminoferrato tetracálcico nada acrescenta em termos de resistências, porém devido à sua formação a elevadas temperaturas, apresenta grande estabilidade química, sendo o composto responsável pela resistência ao ataque químico do cimento.

Também o aluminato tricálcico é sensível ao ataque de sulfatos, que no caso de acontecer, se formam sulfoaluminatos de cálcio, vulgarmente conhecidos por etringite. Esta reação promove um aumento de volume e conseqüentemente forças expansivas no interior do cimento endurecido, levando a rotura. No entanto, este constituinte funciona como fundente no interior do forno, sendo a par do C_4AF , o responsável pela obtenção da fase líquida a menores temperaturas.

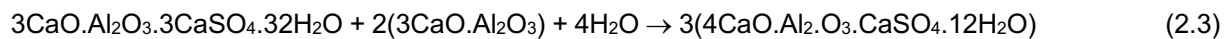
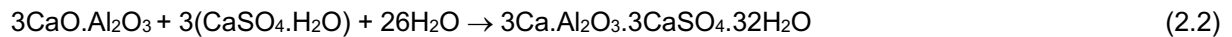
2.5 Hidratação do cimento Portland

Quando o cimento Portland se mistura com água, os seus constituintes sofrem um conjunto de reações químicas que são responsáveis pelo seu endurecimento e conseqüentemente ganhos de resistência. Estas reações exotérmicas designam-se por hidratação, e os sólidos que se obtém são os chamados produtos de hidratação (Mindness et al, 2003).

Neste capítulo demonstram-se as reações individualizadas de cada um dos compostos obtidos em 2.3. De modo a simplificar as equações que traduzem as várias reações ocorridas, é comum adotar-se a designação simplificada indicada no anexo A.1.

Reações dos principais componentes do CPN: O processo de hidratação do cimento é muito complexo e raramente envolve a hidratação completa dos constituintes maioritários. Dessa forma, é mais cómodo analisar todo o processo de hidratação individualizando o mecanismo inerente a cada um dos constituintes principais do cimento. Neste caso, as reações indicadas de seguida, que envolvem os constituintes do cimento, consideram-se totais ou completas:

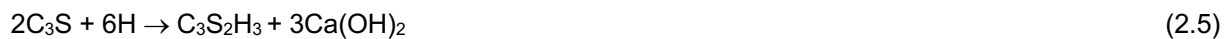
Aluminato tricálcico (C_3A): Este composto tem uma reação extremamente rápida com a água (cerca de alguns minutos) com libertação elevada de calor, conduzindo desta maneira a resistências iniciais elevadas devido à rigidez ganha pela pasta de cimento. Por esse motivo, é frequente acrescentar um pequeno teor de sulfato para moderar ou atrasar esta reação, vulgarmente opta-se pelo gesso numa proporção de cerca de 3 a 4%, formando-se a etringite (trissulfoaluminato de cálcio hidratado). Numa fase posterior ocorre a formação de monosulfoaluminatos, que resultam da combinação da etringite com o aluminato tricálcico ainda existente, e que se ilustra com as seguintes equações:



Ferro aluminato tetracálcico (C₄AF): A reação deste composto ocorre ao mesmo tempo que a hidratação do C₃A, envolvendo um composto intermédio com gesso, resumidamente conclui-se que o aluminato tetracálcico em conjunto com água liberta alumínio tricálcico e ferrato tricálcico (Coutinho, 1988).



Silicato tricálcico (C₃S): Este componente reagindo com água tem a particularidade de libertar hidróxido de cálcio, onde uma parte se mantém em solução e outra cristaliza. O silicato ao perder cálcio origina o bissilicato tricálcico hidratado ou como é conhecido na sua generalidade: silicato cálcio hidratado (C-S-H) (Domone, 1994).



Silicato bicálcico (C₂S): A reação do C₂S com H₂O liberta hidróxido de cálcio e o produto de reação obtido designa-se silicato cálcio hidratado, ilustrado na equação:



2.6 Presa e endurecimento

A junção de CPN com água promove o desenvolvimento de várias reações químicas de hidratação, e que após um período, vulgarmente conhecido como período de dormência, vão dar início à presa. Em 2.5 foi possível distinguir os aluminatos como os componentes com maior velocidade de hidratação, sendo assim responsáveis pelo ganho inicial de resistência e desenvolvimento da presa.

Mindness et al (2003) referem que a relação entre sulfatos e aluminatos é bastante elevada no início da hidratação, sucedendo a precipitação de etringite e conseqüente redução das características de consistência. Com o passar do tempo ocorre uma redução do teor de sulfatos e uma incrementação de novos aluminatos hidratados, ocorrendo assim a conversão de etringite em monosulfatos. O facto de existirem aluminatos presentes na pasta cimentícia promove uma rápida reação, ocorrendo a produção de uma fina camada de produtos de hidratação, nomeadamente etringite. Após um curto período de tempo, de apenas alguns minutos, atinge-se o denominado período dormente em que as reações são inibidas e a formação de produtos de hidratação adicionais torna-se muito lenta, sendo possível que nesta fase o cimento mantenha as suas características iguais para uma certa duração de tempo. Esta fase, com uma duração de cerca de 2 a 4h, é essencial no processo de endurecimento, pois permite garantir condições de trabalhabilidade da mistura.

Como já havia sido estudado por Young & Darwin (2003) a partir do momento que se acrescenta água ao cimento, os hidróxidos presentes no C_3S em conjunto com íons de cálcio vão promover um aumento da alcalinidade para o pH em valor próximos de 12. Após este processo, a taxa de dissolução avança durante o período dormente até se atingir um valor crítico da concentração de hidróxido de cálcio (CH). De seguida, as reações são desplotadas e ocorre a formação progressiva de C-S-H. O C_2S hidrata-se de uma maneira muito similar ao C_3S , diferindo apenas na particularidade de envolver menores velocidades de hidratação.

O instante em que acaba o período dormente corresponde ao início de presa, onde a taxa de calor começa a aumentar rapidamente e a pasta ganha rigidez (Domone, 1994). Quando acaba o período dormente, 2 a 4 horas depois, o desenvolvimento de etringite volta a ser relevante até se atingir o máximo de hidratação, cerca de 4 a 8 horas após a amassadura, nesse instante a pasta já se encontra rígida e as velocidades de hidratação reduzem até valores estáveis. O fim de presa ocorre quando a pasta se começa a comportar como um sólido, deixando de apresentar plasticidade. À medida que progredem as reações de hidratação, a hidratação da região interna de cimento não hidratado vai sendo cada vez mais difícil.

2.7 Produtos de hidratação do cimento Portland

Tendo em conta que as reações de hidratação se iniciam na superfície dos grãos de cimento, a quantidade de material que se encontra em condições iniciais de ser hidratado é definida pela área total da superfície destas partículas. Desta maneira pode afirmar-se que quanto maior finura, maior a superfície específica e conseqüentemente uma maior velocidade de hidratação (Cánovas, 1988). Pode então relacionar-se uma maior resistência inicial da pasta de cimento hidrata com a diminuição da dimensão das partículas. Esta teoria é confirmada por diversos autores dos quais se destacam Cánovas (1988) e Coutinho (2006), apresentando como causa, o facto da hidratação acontecer do exterior para o interior e conseqüentemente uma menor dimensão das partículas a hidratar promove uma hidratação mais efetiva e homogénea. Em partículas com elevadas dimensões pode não ocorrer uma hidratação total.

O cimento utilizado correntemente apresenta dimensões médias entre 1 e 50 μm , sendo que em geral apresenta a sua maior fração granulométrica perto dos 10 μm (Metha & Monteiro, 1994). Assim sendo, é desejável que a maioria das partículas cimentícias apresentem elevadas finuras, porque caso contrário, podem existir partículas que não chegam a hidratar (Neville, 1995). Gomes et al (2013) admitem que se a dimensão de 50% da massa do cimento se situar entre 3 e 40 μm vão obter-se resistências iniciais aceitáveis.

De seguida fazem-se referências às principais fases sólidas do cimento, destacando-se as suas características principais e como influenciam a curto e a longo prazo o valor das resistências mecânicas.

Silicato de Cálcio Hidratado: Esta fase, mais conhecida como C-S-H é aproximadamente 50 a 60% do volume total de sólidos existente numa pasta de cimento completamente hidratada. É um produto

de hidratação com morfologia variável, entre redes reticulares e fibras pouco cristalinas. Metha & Monteiro (1994) distinguem esta fase sólida como o produto de hidratação que mais resistência confere ao cimento endurecido, devido às suas dimensões coloidais, tendência de aglomeração e à presença na sua estrutura das forças de Van der Waals.

Hidróxido de Cálcio: Cristais de hidróxido de cálcio, que ocupam 20 a 25% do volume total da pasta hidratada, esta fase é vulgarmente conhecida como Portlandite. Apresenta uma morfologia prismática hexagonal de elevadas dimensões, no entanto, com muito menor superfície específica que os silicatos de cálcio hidratados, e uma reduzida contribuição para a resistência mecânica do cimento.

Sulfoaluminatos de Cálcio Hidratados: Detêm uma percentagem de 15 a 20% do volume sólido total. Como já foi referido anteriormente, a relação iónica sulfato/alumina promove a produção de etringite, com cristais prismáticos com forma semelhante a agulhas. A etringite (trissulfato hidratado) transforma-se em monossulfato hidratado, o que torna o cimento vulnerável a ataques por sulfatos. A sua importância em termos de características mecânicas é pouco significativa.

Partículas de cimento não hidratadas: Já foi referido neste capítulo, à medida que ocorrem reações de hidratação, as partículas menores têm tendência a hidratar-se primeiro. Devido ao reduzido espaço entre grãos, os produtos de hidratação tendem a cristalizar junto às partículas de cimento que se encontram em hidratação, causando um revestimento que impede as maiores partículas de hidratar, existindo assim fases que nunca chegam a hidratar.

2.8 Influência das altas temperaturas nos produtos de hidratação do cimento.

Esta campanha experimental está relacionada com a ativação térmica de cimentos reciclados. Neste subcapítulo aborda-se a influência que a alta temperatura tem nos produtos de hidratação do cimento.

A pasta de cimento é formada por silicatos de cálcio hidratados, hidróxido de cálcio e sulfoaluminatos de cálcio hidratado, que em contacto com altas temperaturas, ficam sujeitos a alterações físicas e químicas. Foram realizados vários trabalhos experimentais com o objetivo de identificar as alterações químicas dos produtos de hidratação existentes.

Cánovas (1988) refere que os silicatos de cálcio hidratados (C-S-H) são produtos que sofrem um processo de desidratação à medida que se aumenta a temperatura. Esta desidratação inicia-se aos 100°C, atinge a sua maior intensidade aos 300°C e termina com cerca de 500°C. Este autor reporta a hipótese da redução da água existente nos C-S-H, transformar-se em silicatos de anidro e em CaO. A 750°C, a transformação de C-S-H está completa na forma de nesossilicato com uma estequiometria C₂S próxima da Iarnite, mas menos cristalina.

Também os dois autores Alonso & Fernandez (2004) analisaram quais as alterações químicas a que os produtos de hidratação da pasta de CPN endurecida estão sujeitos. Em primeiro lugar produziram-se provetes de pasta de cimento com a/l de 0,4 e armazenaram-se em condições controladas, com

aproximadamente $20 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 70 dias. Para o tratamento experimental, estes foram aquecidos a uma taxa de $1^\circ\text{C}/\text{min}$ até às temperaturas objetivo (100°C , 200°C , 450°C e 750°C) e foram mantidos durante duas horas nestes patamares. Depois, foram arrefecidos até à temperatura ambiente sem interferência, de modo a que se representasse um arrefecimento natural.

Após a análise por difração de raio (DRX) foi possível perceber a influência de altas temperaturas no comportamento desta pasta. De entre vários fenómenos detetados destaca-se o aumento da presença de calcite até aos 450°C e uma redução progressiva da intensidade do pico relacionado à portlandite dos 450°C para os 750°C . Por outro lado, aos 750°C ocorre o desaparecimento dos picos de calcite assim como aparecimento de CaO que pode estar associada à transformação da Portlandite. Os autores referem que para temperaturas maiores os C-S-H desidratados são identificados como novos neossilicatos. De seguida apresenta-se no anexo A.2 o gráfico que ilustra os picos dos vários produtos de hidratação, conforme a temperatura a que estão sujeitos.

Em trabalhos recentemente realizados, que abordam muitas das matérias em questão, os autores produziram provetes de pasta de cimento com relação $a/l=0,50$ e armazenaram-se numa câmara húmida com condições de temperatura de 20°C e uma humidade relativa de 97%, durante 28 dias. Após este período, foram retirados e colocaram-se em condições de temperatura entre os 18 e os 22°C e os 45% e 65% de humidade relativa durante 2 anos. No final deste período de tempo realizou-se a análise termogravimétrica do material e fixaram-se quatro temperaturas para análise do que ocorre em termos de perda de massa (Figura 2.1).

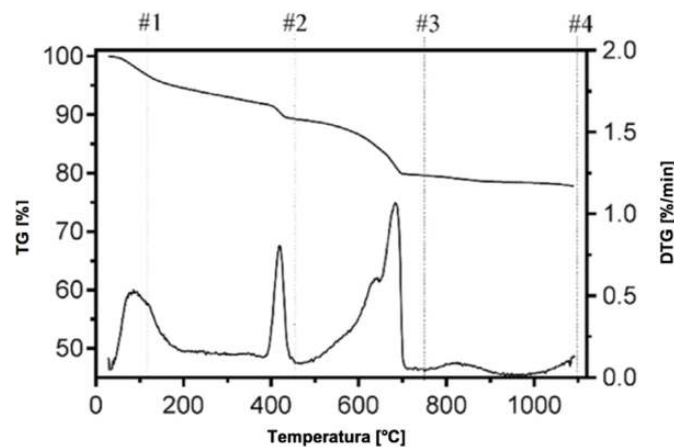


Figura 2.1: Análise TG/DTG para a pasta de cimento NT com $a/l=0,50$. Adaptado de Wang et al (2018). #1: 120°C , #2: 450°C , #3: 750°C e #4: 1150°C

Os resultados conduzem a uma perda de massa total de aproximadamente 20%, o que indica uma hidratação praticamente total. Para a temperatura de 120°C já ocorreu a perda da água de livre dos C-S-H e a decomposição de etringite, por outro lado aos 450°C já se verifica a perda da água química, ou de constituição, dos C-S-H. Aos 750°C continua a verificar-se uma redução da água de constituição, como já se tinha visto anteriormente, assim como a decomposição de CaCO_3 .

2.9 Reidratação dos produtos hidratados do cimento

A potencialidade da reidratação da pasta de cimento surge numa ótica de sustentabilidade, reduzindo os gastos e reaproveitando material que teria sido dado como inutilizável. É com este objetivo que vários autores promovem a reidratação do material nos seus trabalhos experimentais, de onde se destacam: Shui et al (2009), Angulo et al (2013), Souza & Moreno Jr (2010), Chromá et al (2011) e ainda Wang et al (2018). O objetivo da reidratação está relacionado com a possibilidade do material desidratado formar novos compostos de hidratação e recristalizar as fases inicialmente formadas, quando submetido ao contacto com a água (Nobre, 2016).

Angulo et al (2013) realizaram um trabalho experimental com objetivo de analisar o que acontece à reatividade e resistência mecânica de pastas de cimento reidratadas, para diferentes temperaturas de ativação térmica de 300, 500 e 650°C. Para o efeito produziram-se provetes com $a/l=0,48$ somente com CPN. Após a sua produção foram armazenados durante 28 dias em condições controladas, com temperatura de 20°C e humidade relativa de 100% durante 28 dias. Posto isto, foram colocados a 40°C durante 24 horas, britados e posteriormente moídos até atingirem dimensões menores que 150 μm , e seguidamente sujeitos a desidratação, a uma taxa de aquecimento 10°C/min até que se chegue à temperatura objetivo. Os espécimes foram aquecidos durante 2 horas a esta temperatura e posteriormente foram arrefecidos controladamente, a uma taxa menor que a de aquecimento. Os resultados apresentam-se na Figura 2.2.

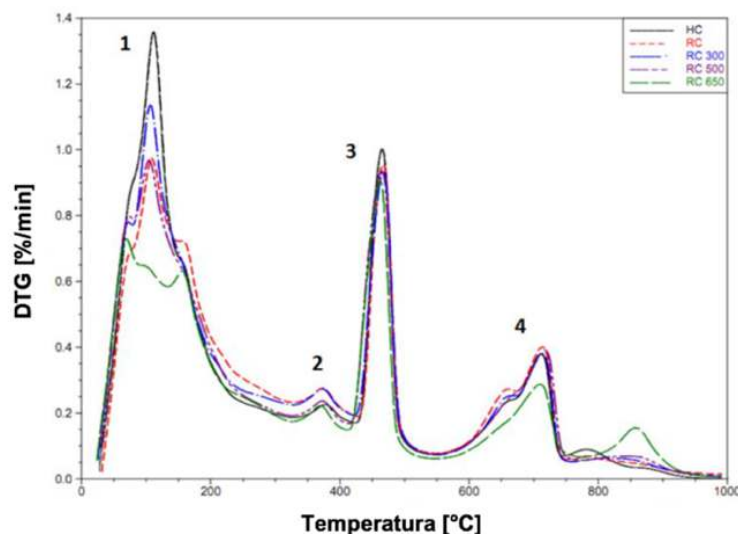


Figura 2.2: Ensaio DTG para os diferentes materiais obtidos. Adaptado de Angulo et al (2013).

As curvas indicam: RC) todo o material reciclado não sujeito a desidratação; RC300/500/650) material reidratado após tratamento térmico a 300/500/650, respetivamente; HC) curva de DTG respetiva ao material cimentício inicial.

Identificam-se quatro picos principais, onde se analisam, para as diferentes pastas, diferentes resultados:

- 1º evento (0 a 330°C): Para o material HC ocorre um pico entringite próximo dos 95°C, um de C-S-H próximo dos 120°C e aos 180°C um pico discreto de monosulfoaluminato de cálcio. Para os restantes materiais desidratados a várias temperaturas, apenas se identifica uma redução da água de ligação dos C-S-H;
- 2º evento (330 a 430°C): Apenas se regista a presença de $Mg(OH)_2$ para HC e para RC300;
- 3º evento (430 a 550°C): Ocorre a desidratação total da portlandite em HC e em RC300 e parcial em RC500 e RC650;
- 4º evento (Temperaturas superiores a 550°C): Está presente calcite para todos os cimentos reidratados, apesar de no patamar de 650°C ser menos relevante.

Estes autores referem que a reidratação se presencia nas primeiras 30 horas, sendo mais rápida que a hidratação. Ensaiaram-se também estas amostras à compressão aos 28 dias, de acordo com a norma NBR 7215: 1997, do ensaio brasileiro, obtendo-se as seguintes resistências à compressão médias: RC=1,5 MPa, RC300=4,4 MPa, RC500=7,6 MPa e RC650=4,2 MPa.

No caso de estudo, a temperatura mais adequada para a desidratação de finos de cimento em termos de reatividade e resistência foi de 500°C, no entanto o mesmo não acontece para outros autores como Shui et al (2009) que referem os 800°C como a temperatura que conduz a melhores resistências mecânicas. Wang et al (2018) reportam a temperatura de 450°C como a temperatura de desidratação que melhor resultado apresenta. Shui et al (2009) realizaram um trabalho experimental que muito se assemelha ao trabalho anterior, com a particularidade de se ter avaliado para um maior lote de temperaturas. Estes autores produziram provetes de cimento Portland ordinário com uma relação água/ligante de 0,5, após a sua cura de 30 dias a 20°C, as amostras foram aquecidas até 80°C durante 2 dias para que se pudesse começar a produzir o material a várias temperaturas. Posto isto, moeu-se o material até um grau de finura menor que 75 µm e submeteu-se a várias temperaturas (300, 400, 500, 600, 700, 800 e 900), este processo de aquecimento ocorre a uma taxa de 10°C/min até à temperatura objetivo, mantendo-se pelo período de 2 horas e 30 minutos, e posteriormente um arrefecimento natural até à temperatura ambiente. Na Figura 2.3 apresentam-se os resultados relativos á reidratação:

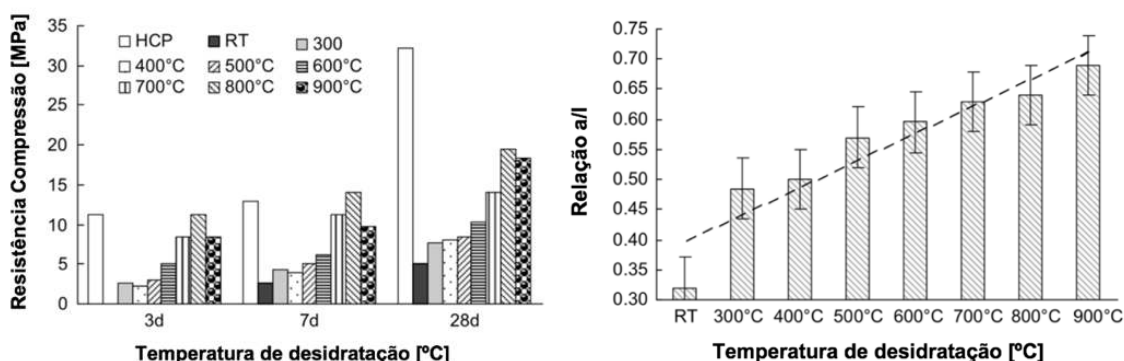


Figura 2.3: Resistência à compressão e relação a/l necessárias em função da temperatura. Adaptado de Shui et al (2009)

Confirmando assim que para uma maior temperatura de desidratação, estão associados maiores teores de água, necessários para que se consiga atingir consistências normalizadas. Pode verificar-se também a existência de reidratação do material devido à necessidade de ter uma elevada relação a/l para qualquer das temperaturas, quando em comparação com o que acontece com RT (material sujeito a moagem, mas não tratado). No entanto, quando se comparam as resistências à compressão de todas as temperaturas com o HCP (pasta de cimento Portland normal) verificam-se valores semelhantes até aos 7 dias para temperaturas dos 700 aos 900, no entanto aos 28 dias o material reciclado é facilmente ultrapassado, este fenómeno pode estar associado à microestrutura após a formação dos produtos de reidratação ser mais fraca (Shui et al, 2008).

Shui et al (2009) verificaram que para a temperatura de desidratação de 800°C obtiveram-se os melhores valores em termos de resistências, e caracterizaram estes resultados com base no C₂S que se encontra presente nas amostras, pois este constituinte apresenta uma velocidade de hidratação mais lenta, associada a um desenvolvimento da resistência à compressão e à flexão lento e prolongado.

A maneira como o material se reidrata, representa um ponto fundamental neste trabalho experimental, para isso é necessário alterar as condições a que o material está sujeito durante a sua cura. Os autores Chromá et al (2011), consideram que para o mesmo tipo de material produzido, e para diferentes condições de armazenamento, onde se varia essencialmente a humidade relativa e a submersão do material, as resistências mecânicas crescem no mesmo sentido que a humidade relativa. As condições de armazenamento foram as seguintes: 1) Temperatura de 22 ± 2°C e humidade 55 ± 5%; 2) Imerso na sua totalidade em água com temperatura de 22 ± 2°C; 3) Temperatura de 22 ± 2°C e humidade relativa de 55 ± 5% e imersão total três vezes por semana durante cerca de 3 minutos.

Os melhores resultados de resistências foram para as condições 2 e 3, quando submetidos a 600°C, 800°C e 1000°C. A generalidade das dimensões dos poros na pasta hidratada não excede 1 µm, quando se sujeita o material reciclado a elevadas temperaturas, estes poros causam um aumento de da pressão de vapor causado pela desidratação dos C-S-H, provocando assim a fendilhação existente em provetes de cimento ou betão (Chromá, et al., 2011). Estes autores referem ainda, que até aos 400°C estas variações de volume não são importantes, porém para temperaturas maiores que 600°C é necessário ter em atenção este fenómeno, pois pode originar poros na ordem de 10 µm ou 15 µm. Um aumento da porosidade, tal como acontece em vários materiais, provoca uma redução da resistência do betão.

Foi também estudado por Chromá et al (2011) o aquecimento de provetes de betão a temperaturas maiores que 800°C e seguidamente colocados em água durante 2 meses, Observando-se após a o retirar do material da água a existência de portlandite, carbonato de cálcio e etringite. Quando se volta a hidratar, é notório que o óxido de cálcio se transformou em portlandite.

2.10 Produção de cimento termicamente ativado

Dentro da perspectiva adotada ao longo dos capítulos anteriores onde está presente a redução das emissões de dióxido de carbono e da poluição associada à construção, mais precisamente na indústria do cimento, apresentamos alguns estudos focados na reutilização da pasta cimentícia. Apesar dos escassos trabalhos nesta área, verifica-se a existência de algumas metodologias que visam a reciclagem do cimento, tendo como objetivo claro a redução do consumo do material proveniente da natureza, e a conseqüente redução das emissões de gases prejudiciais à atmosfera.

Xinwei et al (2010) abordaram este tema através de uma campanha experimental onde utilizaram resíduos de betão para a posterior produção de novas argamassas e avaliação das suas características mecânicas.

Dentro deste âmbito relacionam-se propriedades como: massa volúmica, finura e necessidade de água. Resumidamente, os desperdícios de betão foram britados para que se atingisse uma dimensão máxima de 60 mm, após isto, utilizou-se um equipamento que permite vibrar e reduzir o tamanho do material por moagem.

Baseados na técnica da análise termogravimétrica, de seguida foram aquecidos até 750°C com dois objetivos: ocorrer a separação entre o agregado/pasta e a desidratação dos produtos de hidratação. Dentro das duas curvas realizadas na análise anteriormente enunciada, a curva DTG (curva termogravimétrica diferencial) demonstrou alguns resultados interessantes (Tabela 2.1).

Relativamente às características mecânicas, para a pasta de cimento desidratada, sem qualquer tipo de incorporação de cimento Portland normal, chegaram-se a valores de: Resistência à flexão de 3,5 [MPa] e Resistência à compressão de 12,3 [MPa] aos 28 dias de idade. Note-se também que existem reduções ao nível do tempo de presa quando comparado com o tempo de presa do cimento corrente, como já foi abordado no capítulo anterior, a reidratação ocorre com maior velocidade que a hidratação inicial.

Tabela 2.1: Picos perdedores de massa da análise termogravimétrica. Adaptado de Xinwei et al (2010).

Picos (Máximos da curva DTG)	Reações
Abaixo de 114°C	Saída da água livre e adsorvida
472°C a 500°C	Hidróxido de cálcio desidratado
682°C a 775°C	Decomposição do C-S-H

A produção de cimento termicamente ativado foi um assunto abordado pelos autores Wang et al (2018). Estes utilizaram um procedimento semelhante a Shui et al (2009), como já foi abordado em 2.8.2. O material foi sujeito a uma taxa gradual de aquecimento de 7°C/min até às temperaturas objetivo: #1-120°C, #2-450°C, #3-750°C e #4-1150°C. O material foi mantido neste ambiente durante 8 horas, procedendo-se posteriormente a um arrefecimento lento até à temperatura ambiente. Analisou-se então o material proveniente do forno, com recurso à TG/DTG conduzindo aos resultados que se apresentam na Figura 2.4.

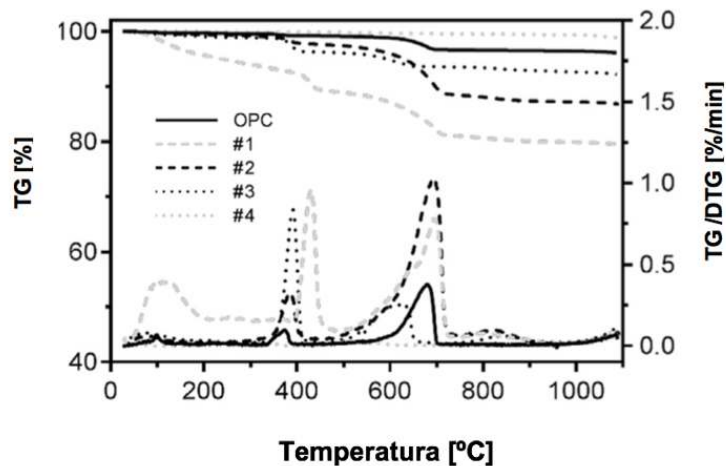


Figura 2.4: Análise TG/DTG em função da temperatura de desidratação. Adaptado de Wang et al (2018), #1-120°C, #2-450°C, #3-750°C e #4-1150°C e OPC o cimento Portland ordinário.

O que se obtém varia consoante o nível de desidratação atingido. Para o material denominado #1 ocorre uma perda significativa de água quimicamente ligada, apresentando perdas de peso dos 350°C aos 450°C causada pela decomposição do CaOH_2 e posteriormente dos 600°C aos 720°C pela decomposição de CaCO_3 . O material que foi sujeito a uma temperatura de desidratação de 450°C apresenta-se estável até aos 400°C, com uma ligeira perda de massa entre os 350°C e os 400°C, a sua maior perda é visível dos 600°C aos 700°C onde se liberta o CO_2 proveniente da decomposição do CaCO_3 . Para as temperaturas mais elevadas apenas se nota perda de peso evidente no material ativado termicamente a 750°C (#3) relacionada com a decomposição do CaOH_2 , mas menos do que em #2, tal como a perda de massa proveniente da decomposição de CaCO_3 mas menos evidente.

Os resultados provenientes da análise por difração de raio X (DRX) corroboram o que foi identificado anteriormente acerca dos produtos maioritários de cada tipo de material. O material denominado OPC contém maioritariamente C_3S e C_2S , os materiais #1 e #2 contém uma percentagem elevada de CaCO_3 e finalmente os materiais que foram sujeitos a temperaturas de 750°C e 1150°C apresentam uma quantidade elevada de CaO .

Este tipo de trabalho conduz a conclusões que servem de base à campanha experimental, na determinação das temperaturas a escolher: A temperaturas entre 100°C e 200°C o C-S-H da antiga pasta não se torna reativo; A temperaturas superiores a 1100°C o C-S-H torna-se inerte e não apresenta qualquer reação com água; O material desidratado a 1150°C apresenta uma taxa de calor muito maior nas primeiras duas horas, quando em comparação com o material desidratado a 120°C porque contém CaO ; O #3 apresentou uma maior taxa de calor inicial que #2 provocado pela presença de CaO ; #2 é o que apresenta maior taxa de calor de hidratação global.

Por outro lado, Serpell & Lopez (2013) numa perspectiva sustentável procuram avaliar um processo de reativação térmica, reaproveitando os resíduos de pasta de cimento hidratada. Os dois autores concluem que existe um conjunto de factores que contribuem para a optimização do material cimentício ativado, como por exemplo o uso de adições, de onde se destaca a sílica de fumo. Desidratou-se o material com temperaturas na ordem dos 800°C e para atingir a consistência que se entende como

normal a relação entre água e ligante é de 0,7, sendo esta também a que melhores valores apresenta à compressão, como se pode observar na Tabela 2.2.

Tabela 2.2: Valores da resistência à compressão para a relação a/l=0,7.

Dias	7	28	90
Resistência Compressão (MPa)	20 ($\pm 1,4$)	32,8 ($\pm 2,0$)	39,0 ($\pm 2,5$)

Enumeram-se então as principais conclusões a que estes dois autores chegam:

- A incorporação de sílica fumo em pastas à base de materiais cimentícios reativados aumenta as suas características de resistência, demonstrando assim que a pasta cimentícia reativada tem uma capacidade de ativação pozolânica substancial;
- A presença do ativador alcalino NaOH aumenta a resistência inicial das pastas compostas por materiais cimentícios reativados, no entanto, prejudica a longo prazo, sendo por isso uma incorporação ineficaz no objectivo final;
- Quanto mais hidratados se apresentarem os resíduos da pasta de cimento, maior a resistência das novas argamassas reativadas a produzir. A ocorrência deste fenómeno deve-se ao facto de uma maior hidratação promover uma maior concentração de C-S-H, que como já foi observado anteriormente, confere ganhos de resistência mecânica à pasta de cimento hidratada.
- O aumento da temperatura de desidratação utilizada para reativar os resíduos da pasta de cimento hidratada, diminuiu significativamente a resistência inicial das pastas constituídas por materiais cimentícios reativados, no entanto aumenta a longo prazo, tornando-se assim uma alternativa a considerar.

Genéricamente, para se obter um reaproveitamento do material proveniente de construções, nomeadamente pastas de cimento, torna-se necessário promover a reidratação do material, com o objetivo de se formarem compostos com capacidade para assegurar a trabalhabilidade e resistência mecânica dos novos materiais.

3 Campanha experimental

Este capítulo tem como objetivo descrever o trabalho experimental realizado. Inicialmente faz-se uma breve descrição da campanha experimental, tendo em consideração os objetivos definidos para o presente trabalho e indicados no capítulo 1. Depois descreve-se em detalhe as etapas de produção da pasta de origem e os procedimentos de moagem, tratamento térmico e crivagem inerentes à produção do cimento reciclado, incluindo a sua caracterização. Finalmente, são descritos os procedimentos referentes aos ensaios de caracterização das pastas no estado fresco e à produção e caracterização de provetes de argamassa no estado endurecido. A campanha experimental foi maioritariamente desenvolvida no Laboratório de Construção e no Laboratório de Minas e Georrecursos do Departamento de Engenharia Civil, Arquitetura e Georrecursos do IST.

3.1 Descrição geral da campanha experimental

A principal finalidade desta campanha experimental é a caracterização de argamassas produzidas com material termicamente ativado a diferentes temperaturas e a análise do seu comportamento relativo face a argamassas de referência com cimento Portland normal (CPN). A partir de pastas de origem (PO) significativamente hidratadas, de modo a serem representativas de cimentos suficientemente maturados, foram produzidos cimentos reciclados.

Inicialmente as pastas com cerca de 4 meses de idade foram sujeitas a um processo sucessivo de britagem e moagem de modo a obterem-se partículas de reduzida dimensão, da ordem de grandeza da granulometria dos ligantes comuns. Para esta etapa utilizaram-se as britadeiras de maxilas do Laboratório de Construção e também os moinhos de rolos e de bolas existentes no Laboratório de Minas e Georrecursos do Instituto Superior Técnico.

Numa fase seguinte, o material resultante foi crivado em duas frações granulométricas, nomeadamente em partículas mais grossas (*coarser powder*, CP) com dimensão entre 45 e 125 μm e partículas de maior finura (*finer powder*, FP) de diâmetro inferior a 45 μm . A consideração de duas frações granulométricas teve por objetivo analisar a influência da granulometria dos pós na reatividade dos cimentos reciclados. Posteriormente, procedeu-se à termoativação do pó de pasta hidratado a diferentes temperaturas, pré-definidas tendo em consideração ensaios prévios de caracterização do material por termogravimetria (TG) e difração de raio-X (DRX).

Para a fração CP foram produzidos cimentos reciclados termoativados a 700 °C, ao passo que para a fração FP, de granulometria semelhante à dos cimentos correntes, foram consideradas temperaturas de termoativação de 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, 800°C e 900°C. Após a ativação, procedeu-se à caracterização física e química dos cimentos obtidos, incluindo a realização dos ensaios de consistência de pasta, expansibilidade, tempo de presa e massa volúmica.

Após caracterização dos materiais, foram produzidas argamassas com cimentos de diferente finura (CP, FP) e termoativados a diferentes temperaturas (400-900°C), diferentes compacidades de pasta (a/c variável) e diferentes percentagens de incorporação de cimento reciclado (20, 50 e 100%). As argamassas foram caracterizadas no estado fresco (massa volúmica, trabalhabilidade) e no estado endurecido (massa volúmica e resistência mecânica). O objetivo é perceber a potencialidade dos cimentos termoativados quando incorporados em misturas cimentícias de diferente compacidade, quer como único material ligante quer como material de adição. Este trabalho teve apenas como preocupação avaliar a capacidade de reidratação de cimentos de pastas reidratadas. Na Tabela 3.1 demonstram-se os ensaios realizados para cimentos reciclados (C.R) e argamassas (ARG).

Tabela 3.1: Ensaio realizados para cimentos reciclados e argamassas.

Ensaio	Norma	C.R	ARG.
Baridade	NP-955 (1973)	X	
Massa volúmica	LNEC E64 (1979)	X	
Consistência normal	NP EN 196-3 (2006)	X	
Tempos de presa	NP EN 196-3 (2006)	X	
Expansibilidade	NP EN 196-3 (2006)	X	
Calor de hidratação	EN 196-11 (2018)	X	
Espalhamento	NP EN 1015-3:1998/A1:2006		X
Massa volúmica aparente	NP EN 1015-6:1998/A1:2006		X
Resistência à flexão	NP EN 1015-11:1998/A1:2006		X
Resistência à compressão	NP EN 1015-11:1998/A1:2006		X

Outros aspetos relevantes, como a separação dos constituintes do betão e a consideração de cimentos produzidos de diferentes tipos de betões reciclados são alvo de estudo de outros trabalhos desenvolvidos no âmbito do projeto de investigação em que este trabalho se insere.

3.2 Pasta de origem

Neste subcapítulo descreve-se o procedimento adotado, assim como as características físicas e químicas do cimento utilizado para a produção da pasta de origem (PO) e indicam-se os resultados da sua caracterização no estado fresco (abaixamento) e no estado endurecido (resistência à compressão).

3.2.1 Cimento

Na produção das pastas de origem foi utilizado cimento do tipo CEM I 42,5 R, gentilmente fornecido pela empresa SECIL. Na Tabela 3.2 resumem-se as principais características físicas, químicas e mecânicas do cimento utilizado, tendo em conta análises sobre amostras recolhidas diretamente do

cimento fornecido pela SECIL. Importa salientar que o cimento utilizado neste estudo e ao longo dos trabalhos experimentais integrantes do projeto de investigação em que este se insere provem todo do mesmo lote, de modo a não introduzir variabilidades adicionais.

Tabela 3.2: Características físicas e químicas do CEM I 42,5 R.

Características	CEM I 42,5 R	
Resíduo no peneiro 45 µm [%]	3,50	
Superfície específica [cm ² /g]	4388	
Resistência à compressão da argamassa de referência [MPa]	2 dias	28,70
	7 dias	40,80
	28 dias	52,10
Expansão [mm]	0,75	
Índice de atividade [%]	-	
Perda de ignição [%]	3,64	
SiO ₂ + Al ₂ + Fe ₂ O ₃ [%]	18,49 + 4,95 + 3,61	
CaO + MgO [%]	63,11 + 1,62	
CaO + MgO livre [%]	0,60 + 0,80	
Massa volúmica [kg/m ³]	3080	
Tempo de presa [min]	Inicial	152,50
	Final	225,00

3.2.2 Produção da pasta de origem

Para simular cimentos com suficiente maturidade foram produzidas pastas representativas de possíveis betões sujeitos a reciclagem. Optou-se por produzir pastas com a/c de 0,40, dado ser uma compacidade que ainda permite o manuseamento e compactação das pastas no estado fresco sem que ocorram fenómenos indesejáveis de exsudação. No total foram produzidos 24 provetes cúbicos de 15 cm de aresta, a partir de duas amassaduras, cada uma com 1340 [kg/m³] de cimento e 536 [kg/m³] por m³. Cada uma das amassaduras contou ainda com 3 provetes adicionais que foram ensaiados à compressão aos 28 dias para controlo das misturas.

A pasta foi produzida numa misturadora de eixo vertical com descarga de fundo e capacidade de 80 litros. O procedimento de mistura envolveu um primeiro barramento da betoneira com pasta de modo a evitar perdas durante a mistura.

Em seguida foram adicionados o cimento e a água necessária e misturou-se por cerca de 2 minutos. Depois parou-se a misturadora durante cerca de 30 segundos, aproveitando-se para remover o material retido nas pás e paredes da misturadora. Finalmente, a pasta foi remexida mais cerca de 3 minutos.

A pasta foi produzida com consistência fluída (superior a S4), tendo-se procedido ao enchimento dos moldes por vazamento e sem recurso a meios mecânicos de vibração. Os provetes foram curados dentro dos moldes em ambiente de laboratório durante 24 horas, tendo sido protegidas por película

plástica aplicada na superfície. Após desmoldagem, às 24 horas, os provetes foram conduzidos para câmara húmida, de HR superior a 95%, onde permaneceram até aos 28 dias de idade.

3.2.3 Caracterização da pasta de origem

Aos 28 dias, 3 provetes de cada amassadura de pasta foram ensaiados à compressão, tendo-se obtido os resultados médios indicados na Tabela 3.3. Salienta-se o facto de se ter obtido uma variabilidade nos resultados superior ao que é comum em betões correntes, o que se pode justificar pela dificuldade inerente à produção de pastas fluídas com recurso a misturadoras de betão. No entanto, as diferenças obtidas entre misturas diluem-se no produto final após reciclagem, dado que passam por várias etapas de moagem e crivagem conjunta que contribuem para a sua homogeneização.

Tabela 3.3: Resistência média à compressão, f_{cm} , aos 28 dias da pasta de origem.

Amassadura	Relação a/l	f_{cm} [MPa]	C.V [%]
1	0,4	51,0	24,3
2		44,5	13,5

Ao contrário do objetivo inicial, neste trabalho não foi possível produzir cimentos reidratados a partir de detritos de betão. Ainda assim, foram produzidos os betões que serão futuramente sujeitos a esta análise e que apresentam compacidade semelhante à das pastas utilizadas neste trabalho ($a/c=0,40$). Para esses betões foram obtidas resistências médias à compressão aos 28 dias de 71 MPa, sendo representativos de betões da classe de resistência C60/75. Os restantes provetes foram armazenados na câmara húmida até aos 120 dias de idade, após o qual se procedeu à sua britagem.

3.3 Produção de cimento reciclado

Neste subcapítulo descreve-se de forma detalhada as diversas fases consideradas na produção do cimento reciclado, nomeadamente no que se refere às etapas de britagem, moagem, desidratação, peneiração e caracterização da pasta moída e do subsequente cimento reciclado.

3.3.1 Britagem e moagem da pasta de origem

O processo de britagem da pasta foi iniciado após os provetes de pasta perfazerem 120 dias de idade, conforme referido em 3.1. A britagem foi efetuada na britadeira de maxilas existente no laboratório de construção do IST (Figura 3.1), tendo em consideração a mínima abertura possível entre maxilas (cerca de 3 cm de afastamento entre mandíbulas na abertura da base).



Figura 3.1: a) Britadeira de maxilas utilizada; b) Entrada dos provetes na britadeira.

O produto resultante desta britagem foram partículas de cimento com diâmetro máximo de 7 cm. Na Figura 3.2 apresenta-se o aspeto geral das partículas de pasta obtidas após britagem, sendo caracterizadas por possuir forma laminar e alongada.



Figura 3.2: Partículas de PO após britagem

Após a britagem, as partículas de pasta foram sujeitas a moagem, tendo-se utilizado o moinho de rolos existente no laboratório de minas e georrecursos do IST (Figura 3.3.A). Esta etapa de moagem, que envolveu duas passagens no moinho de rolos, permitiu reduzir a dimensão máxima das partículas para cerca de 2 mm.

Finalmente, os detritos de pasta foram sujeitos a moagem em moinho de bolas horizontal (Figura 3.3.B), de modo a reduzir a dimensão das partículas para níveis compatíveis com os utilizados em ligantes comuns. Caso contrário, não se garantem níveis de reatividade razoáveis no cimento reativado. Para que se conseguisse uma moagem eficiente foi utilizada uma carga de bolas de aço de diferente dimensão de modo a preencher um pouco menos de 1/3 do volume do cilindro. Por sua vez, a quantidade de material a colocar no moinho foi de tal modo que este ocupasse aproximadamente o espaço livre entre bolas e não excedesse 1/3 do volume do moinho.

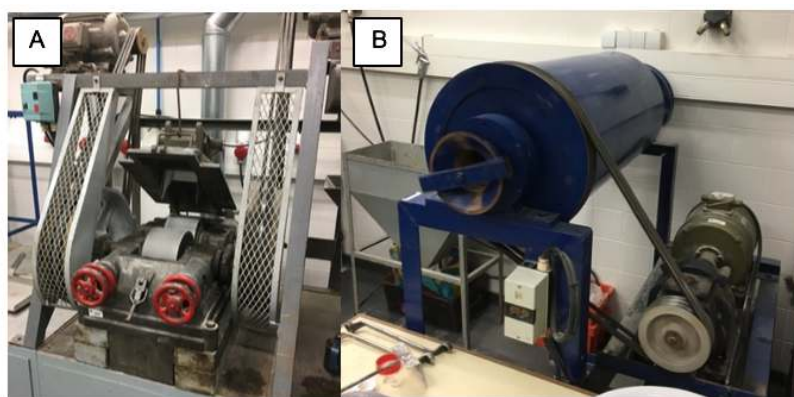


Figura 3.3: A) Moinho de rolos; B) Moinho de bolas

No total foram utilizadas cerca de 300 esferas de aço com dimensões entre 2 e 20 mm, permitindo aumentar os pontos de contacto com o material e efetivar a sua moagem. O material foi moído durante duas horas, com uma velocidade de rotação de cerca de 40 rpm. Um problema que surge na utilização deste equipamento é o material que fica agarrado às paredes e que não é atingido pelas bolas com a mesma frequência, o que o torna mais grosseiro, obtendo-se cerca de 16,5 kg por moagem.

3.3.2 Peneiração do material moído

Após a moagem em moinho de bolas, todo o material foi peneirado em 3 classes granulométricas: $d > 125\mu\text{m}$; $45\mu\text{m} < d < 125\mu\text{m}$; $d < 45\mu\text{m}$. As partículas de dimensão superior a $125\mu\text{m}$ foram novamente moídas de modo a aumentar a quantidade de material inferior a $125\mu\text{m}$. A peneiração foi efetuada com recurso ao agitador eletromagnético *Matest* modelo A059-12 e os peneiros da marca *Setaccio di Prova – Controls* (Figura 3.4).



Figura 3.4: Agitador eletromagnético *Matest* e respectivos peneiros utilizados na peneiração.

Esta etapa foi bastante morosa, visto que a peneiração a seco disponível conduz a rendimentos muito baixos para partículas de dimensão inferior a $250\mu\text{m}$. Este é um problema sério na produção laboratorial de cimentos reciclados em grande quantidade e que ainda não foi contornado. Após a peneiração, foi possível reduzir a máxima dimensão das partículas para valores inferiores a $1250\mu\text{m}$.

Na Figura 3.5 apresenta-se a análise granulométrica média do material NT, obtido no intervalo de peneiros entre 45 μm e 125 μm .

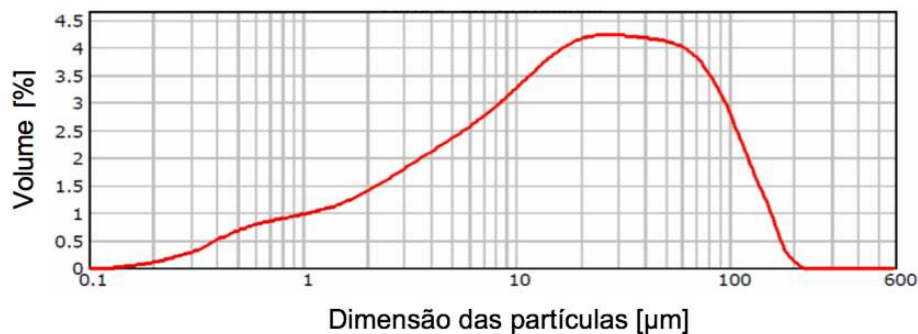


Figura 3.5: Análise granulométrica do material após peneiração (NT).

3.3.3 Análise termogravimétrica

A análise termogravimétrica é uma técnica que permite estimar a variação de massa de um determinado material, em função da temperatura, para condições pré-determinadas de taxa de incremento de temperatura e de atmosfera circundante. A variação de massa ocorre devido a várias causas: evaporação, decomposição e reações químicas ocorridas ao nível dos constituintes do material. Em paralelo pode também ser monitorizada a variação calorimétrica do material em função da temperatura, dando uma ideia do tipo de reações ocorridas.

Como ferramenta auxiliar destes ensaios, podem ser realizadas análises complementares de termografia diferencial (DTG) e de calorimetria diferencial (DTS). A DTG permite identificar as temperaturas em que ocorreu as transformações relevantes por perda de massa, ao passo que a DTS tem a vantagem de identificar outras reações que podem ocorrer, não envolvendo necessariamente perdas de massa.

A análise termogravimétrica (TG) foi efetuada com auxílio do equipamento SETARAM, modelo TGA92. Basicamente, este equipamento permite monitorizar a variação de massa de um dado material em função da temperatura, causada pela decomposição, evaporação ou reação química dos seus constituintes. A taxa de aquecimento foi de 10°C/minuto, tendo-se efetuado medições até 1000°C em atmosfera de azoto.

Este ensaio permitiu, entre outras análises, ajudar a definir a temperatura de termo-ativação dos cimentos reciclados a estudar no presente trabalho.

O equipamento permite ainda monitorizar a variação do fluxo de calor com o incremento da temperatura. Deste modo, é possível identificar as várias reações exotérmicas e endotérmicas decorridas ao longo do processo térmico, sem que estas sejam necessariamente associadas a variações de massa.

3.3.4 Análise de difração de raio-x

A difração de raio-X (DRX) permite identificar as fases cristalinas numa amostra de material, sendo bastante útil para a definição da sua composição mineralógica. A realização desta análise para produtos tratados a diferentes temperaturas ou sujeitos a diferentes níveis de hidratação permite dar uma ideia da evolução das fases formadas e da potencialidade de reativação dos cimentos produzidos. O equipamento utilizado foi o *PANalytical X'Pert Pro* (Figura 3.6) existente no laboratório de minas e georrecursos do Instituto Superior Técnico. Após a pulverização prévia das amostras, estas foram sujeitas a um varrimento de 5 a 60° de 2θ em condições de 40 kV e 35 mA e ampola de Cu.



Figura 3.6: Equipamento utilizado para a realização do ensaio de DRX.

3.3.5 Ativação térmica do cimento moído

Como referido um dos grandes objetivos desta dissertação é a reidratação do material cimentício resultante da moagem dos resíduos da PO. De modo a cumprir este objetivo o cimento moído foi previamente desidratado a diferentes temperaturas. Para o tratamento térmico do cimento moído utilizou-se o forno elétrico *TERMOCONTROL 3PR* indicado na Figura 3.7.



Figura 3.7: Forno horizontal *Termocontrol 3PR* utilizado para a desidratação do cimento hidratado.

O material proveniente da moagem foi espalhado num tabuleiro metálico próprio para o forno em questão, com o objetivo de se evitarem espessuras maiores que o dobro da dimensão das partículas do material e assim promover uma desidratação homogénea e não localizada.

De modo a definir o tempo de residência do material no forno, foi realizado um estudo prévio sobre diferentes amostras de cimento moído, que foram sujeitas a diferentes tempos de processamento térmico para distintos patamares de temperatura. Este estudo foi realizado com a auxílio de uma mufla *NETZSCHA STA 409 PC/PG*, tendo-se monitorizado a perda de massa em intervalos de 30 minutos. Na Figura 3.8 resumem-se as variações de massa ocorridas em amostras tratadas entre 600°C e 800°C. Como se pode observar na Figura 3.8, para tempos de residência superiores a 2 horas, as perdas de massa adicionais foram pouco significativas. Assim, tendo em conta este estudo preliminar e o facto de o forno trabalhar com maior volume de material, optou-se por definir um tempo de residência no patamar final de temperatura de 5 horas.

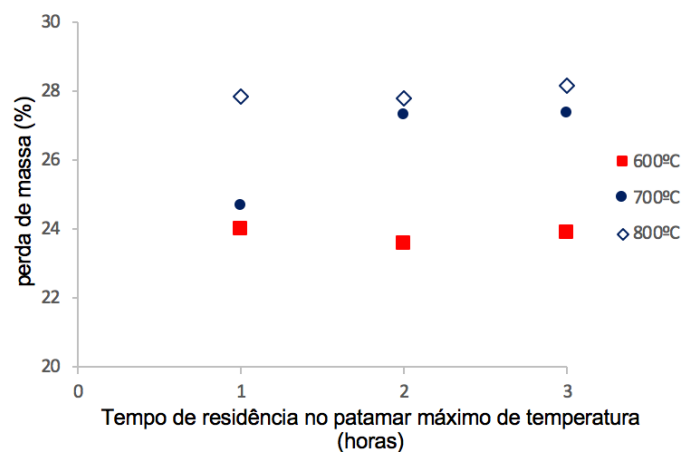


Figura 3.8: Perda de massa de diferentes amostras de cimento termoativado a diferentes temperaturas quando sujeito a distintos tempos de residência em mufla.

Com base no referido na literatura (Shui et al 2009, Serpel et al 2013, Zhang et al 2018, Bogas et al 2019) e tendo em conta a análise de TG apresentada em 4.1, foram definidas temperaturas de termoativação entre 400°C e 900°C. A gama de temperaturas definida permite cobrir regiões em que a desidratação do CSH começa a ser significativa até temperaturas a partir do qual a descarbonatação torna o produto desinteressante do ponto de vista ambiental e, por outro lado, as alterações ocorridas ao nível dos produtos formados a alta temperatura tornam-nos possivelmente menos reativos segundo a literatura (Serpel et al 2013; Wang et al 2018). Como temperatura de referência optou-se por escolher o tratamento a 700°C. Este valor foi definido com base na análise TG, que sugere a desidratação efetiva do cimento moído sem que ocorra descarbonatação significativa. A pré-definição deste valor teve ainda em conta valores sugeridos e adotados por outros autores (Peres 2016; Wang et al 2018; Xinwei et al 2010). No entanto, como se verá ao longo do trabalho, a temperatura escolhida não foi a que conduziu às argamassas de maior reatividade.

A curva de aquecimento do forno foi definida tendo em conta dois patamares de aquecimento. No caso do cimento moído com granulometria entre 45 e 125 μm , o primeiro patamar foi de 100°C durante 1 hora, o segundo de 350°C durante 2 horas e terceiro patamar foi de 700°C durante 5 horas. Para este esquema de aquecimento obteve-se uma perda de massa na ordem dos 20%. Entre patamares a taxa de aquecimento foi de cerca de 20°C/minuto. Esta taxa foi igualmente adotada por Peres (2016), que utilizou o mesmo forno para produzir cimento reciclado.

O material com granulometria inferior a 45 μm foi sujeito aos mesmos tempos de residência em cada patamar de temperatura. No entanto, o patamar final de temperatura variou entre 400°C e 900°C, consoante o produto pretendido. Neste caso, optou-se por produzir cimento termoativado a 400, 500, 600, 700, 800 e 900°C de modo a analisar a influência deste parâmetro na reatividade do cimento reciclado. Após o aquecimento peneirou-se de novo o material, com o objetivo de verificar se o tratamento térmico promoveu a pulverização ou desaglomeração do material. Neste caso, a aglomeração pode resultar da humidade existente no material não tratado (NT). Na Tabela 3.4 resume-se a quantidade de material superior a 3, 32 e 45 μm , antes (NT) e após o tratamento térmico a 700 °C (T700CP e T700FP). Em geral é possível constatar que o processamento térmico promove a redução média da granulometria final do cimento reciclado.

Tabela 3.4: Frações granulométricas dos materiais produzidos, após a introdução no forno.

Designação	Fração granulométrica		
	> 45 μm [%]	32 a 45 μm [%]	3 a 32 μm [%]
NT	25,89	9,33	49,95
T700CP	32,70	10,86	41,70
T700FP	12,75	8,99	63,13
CEM	6,69	7,92	66,16

A diferença de granulometria entre os diferentes materiais pode ser melhor observada nas curvas granulométricas apresentadas na Figura 3.9, que foram obtidas por granulometria laser.

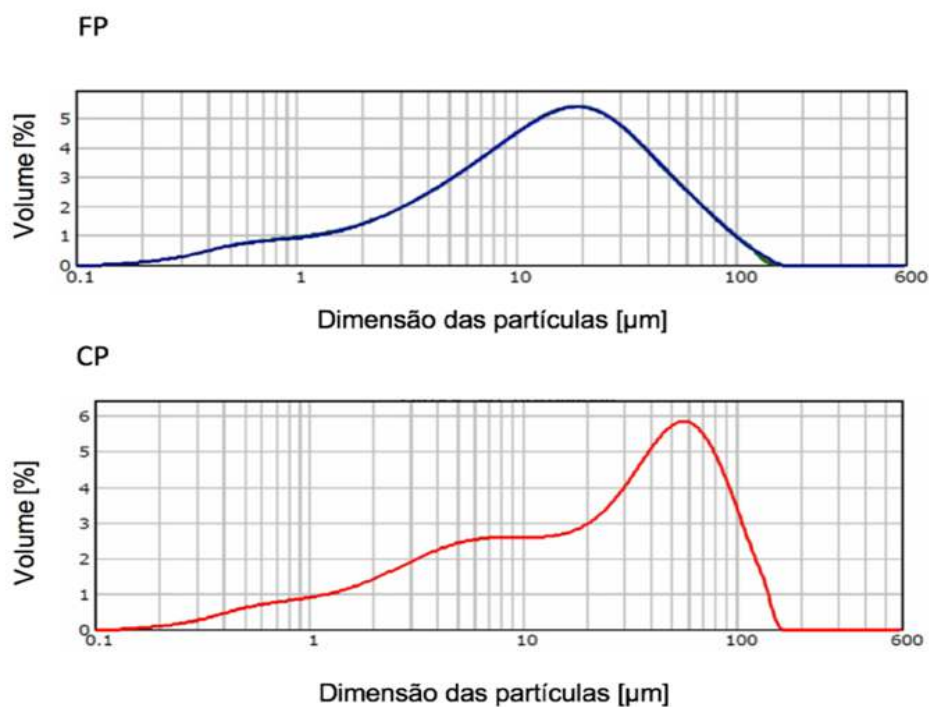


Figura 3.9: Análise granulométrica a laser do material FP e CP.

3.3.6 Análise de cimentos reciclados e argamassas com recurso a MEV

Para uma melhor compreensão da estrutura dos vários cimentos e argamassas produzidos, utilizou-se o microscópio eletrónico de varrimento. Este tipo de análise serve para comprovar as fases que foram identificadas através do DRX. Inicialmente, abordaram-se quatro diferentes tipos de cimento: CPN, cimento não tratado (NT), cimento reciclado tratado a 700°C de grão fino (FP) e de grão mais grosseiro (CP), como é possível observar nas Figuras 3.10 e 3.11.

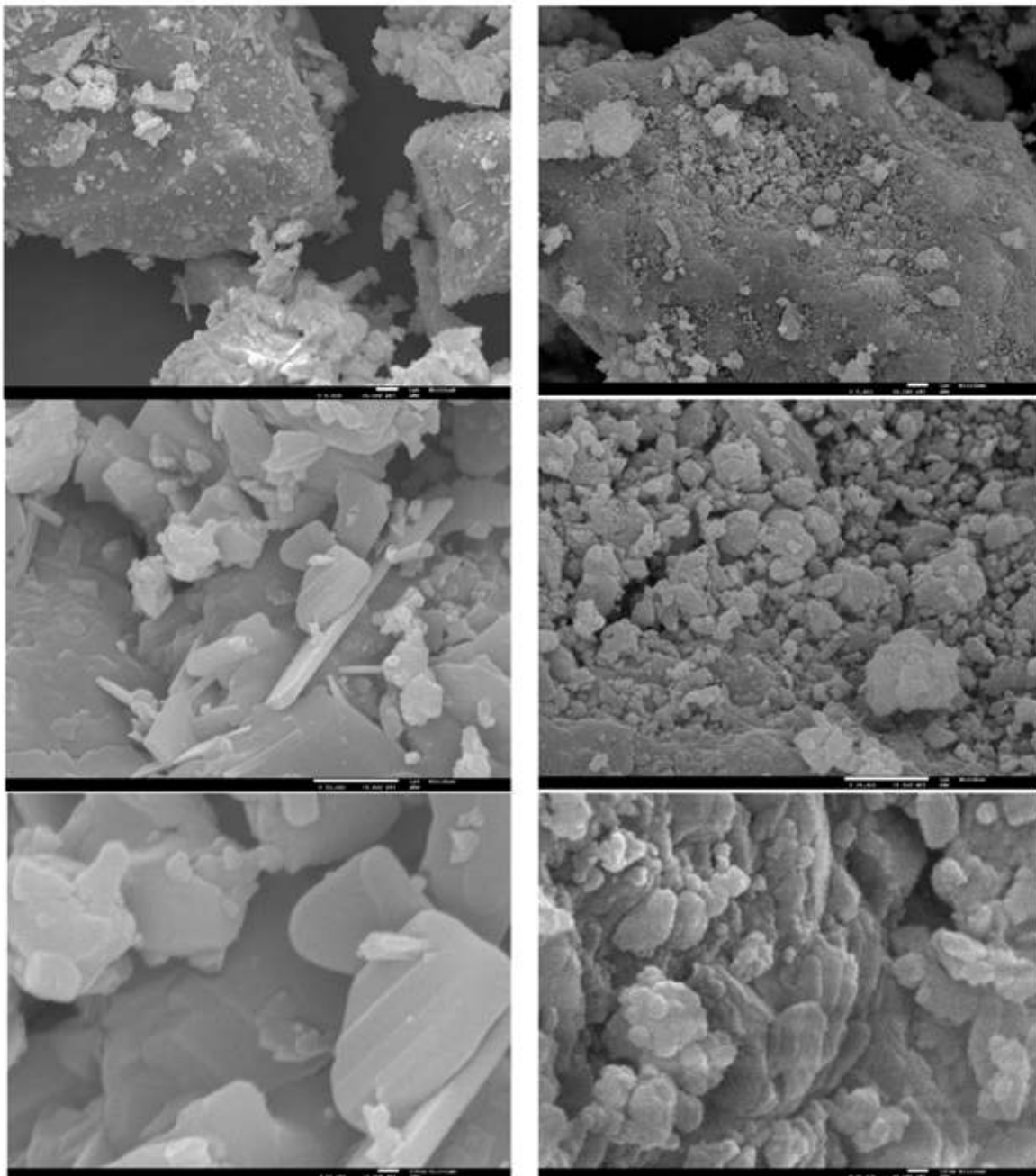


Figura 3.10: Análise em microscópio eletrónico de cimento Portland normal (à esquerda) e cimento reciclado não tratado, NT (à direita). Imagens a 5000x, 20000x e 50000x

Existe uma clara distinção entre as partículas de CPN e as dos cimentos reciclados, com as de CPN a apresentarem estrutura compacta e de aspeto cristalino. Por outro lado, as partículas de NT e de

cimento termo-ativado apresentam estrutura porosa e superfície rugosa. O desenvolvimento de produtos de hidratação com estrutura nano cristalina faz aumentar significativamente a área superficial destas partículas, o que deverá ter consequências ao nível da sua exigência de água, conforme se demonstra em 3.12. Em termos morfológicos, as partículas de CP apresentam estruturas idênticas às de FP, variando essencialmente apenas na sua dimensão média.

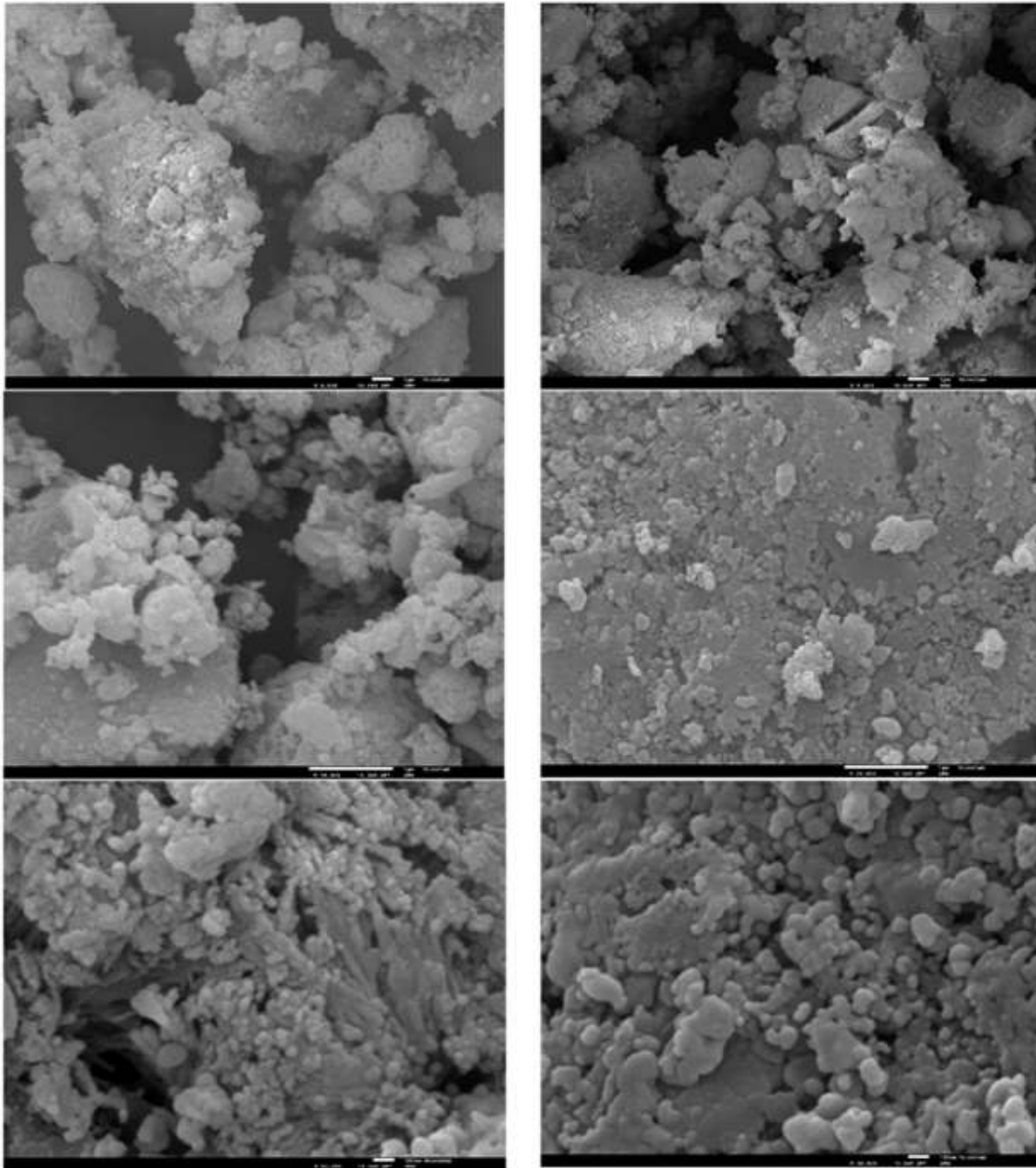


Figura 3.11: Análise em microscópio eletrónico de cimento reciclado tratado a 700°C com granulometria grossa, CP (à esquerda) e granulometria fina, FP (à direita). Imagens a 5000x, 20000x e 50000x.

Adicionalmente, como será visto em 4.6, quando se associa o MEV a um espectrómetro de raio X de energia dispersiva (EDS) é possível realizar de forma rápida e eficaz a caracterização química das regiões observadas com grande precisão geométrica.

Desta maneira, após a produção e desmoldagem de argamassas estas foram colocadas na câmara húmida até perfazerem 3 dias de idade. Após isto, retirou-se um provete de cada molde a ensaiar e retirou-se uma seção de 40 x 40 x 10 mm que se colocou em acetona para posterior análise. Cerca de 6 horas antes da análise em MEV com EDS retira-se a amostra de acetona e colocou-se numa estufa a 60°C até à hora de análise pois é necessário que esteja bem seca para que se possa analisar em condições.

Assim sendo analisaram-se argamassas com granulometria mais fina FP termo-ativadas a 600°C e 700°C e a/c=0,67, com recurso ao MEV e posteriormente ao EDS. Para efeitos comparativos foi ainda realizada uma pasta com FP tratado a 700°C e a/c=0,67 e uma somente com CPN e a/c=0,67.

3.4 Produção de pasta e argamassas

Por motivos diferentes foram produzidas pastas e argamassas no presente trabalho. As pastas foram produzidas com o objetivo de determinar a consistência de pasta normal (exigência de água dos ligantes), bem como o tempo de presa e expansibilidade associado a cada tipo de ligante.

3.4.1 Materiais

Na produção das argamassas, para além do cimento reciclado, foi utilizado o cimento tipo I 42,5 R descrito em 3.1.2, bem como agregado fino de natureza siliciosa. O agregado fino foi fornecido pela empresa Soarvamil, tratando-se de uma areia de pinhal proveniente de Pinhal do Conde, em Sesimbra. Foram consideradas duas frações de agregado, uma de areia fina (AF) e uma de areia grossa (AG), cujas principais características físicas são apresentadas na Tabela 3.5 e Tabela 3.6. Em relação à fração de areia grossa, esta foi previamente peneirada de modo a não conter partículas demasiado grosseiras, superiores a 4 mm. A caracterização dos agregados foi realizada de acordo com as normas europeias ou nacionais indicadas na segunda coluna da Tabela 3.5.

Tabela 3.5: Características dos agregados a utilizar

Características	Normas	A.G	A.F
Absorção de água às 24h [%]	NP EN 1097-6 (2016)	0,26	0,19
Massa volúmica [kg/m ³]	NP EN 1097-6 (2016)	2610	2620
Percentagem de vazios [%]	NP EN 1097-3 (2002)	34,74	39,76
Baridade não compactada [kg/m ³]	NP EN 1097-3 (2002)	1598,6	1571,4

Na Figura disponível no Anexo A.3 apresentam-se as curvas granulométricas das areias utilizadas e a percentagem de material retido nos peneiros. Os peneiros utilizados para a análise granulométrica foram escolhidos respeitando as séries padrão indicadas na NP EN 933 -1 (1997).

Na Tabela 3.7 resumem-se as principais propriedades físicas e químicas dos cimentos reciclados não tratados (NT) e termoativados a 700°C, para a fração fina (FP) e para a fração grossa (CP).

Estas análises foram realizadas no laboratório de materiais da SECIL. Para os cimentos reciclados foi ainda determinada a baridade e a massa volúmica. Estes ensaios foram realizados no laboratório de construção do IST e os procedimentos adotados resumem-se em seguida.

Tabela 3.6: Principais propriedades físicas e químicas dos cimentos reciclados

Características	NT	FP	CP
Resíduo no peneiro 45 µm [%]	25,89	12,75	32,70
Superfície específica [cm ² /g]	5050	4950	4390
Resíduo insolúvel [%]	0,63	0,54	0,50
Perda de ignição [%]	28,47	8,32	7,68
SiO ₂ + Al ₂ + Fe ₂ O ₃ [%]	14,01+3,87+2,44	17,59+4,94+3,11	18,23 + 4,88 + 2,99
CaO + MgO [%]	46,90+1,26	59,47+1,62	59,58 + 1,57
Massa volúmica [kg/m ³]	2020	2690	2650
C ₃ S+ C ₂ S+ C ₃ A+ C ₄ AF	4,5+9,7+2,0+0,5	9,8+20,8+17,6+14,0	13,2+20,8+16,7+11
Calcite + Portlandite	18,7+58,2	14,7+14,2	15,9+14,1

A massa volúmica foi determinada de acordo com o ensaio previsto na norma LNEC E64 (1974), tendo em conta as seguintes etapas:

1. Selecionar uma amostra, que após secagem em estufa a 100°C perfaz cerca de 65 g;
2. Inserir um líquido não reativo em relação ao material a ensaiar no picnómetro de *Le Chatelier*, por auxílio de um funil de tubo longo, tentando que não se molhem as paredes internas;
3. Tapar o picnómetro e mergulhar em água para que ocorra uma estabilização da temperatura do líquido, e em seguida registar o valor da escala com aproximação ± 0,5.
4. Com um funil de tubo curto colocar o ligante, com extremo cuidado para que este não adira as paredes internas do picnómetro acima da lamina do líquido;
5. Para que se libertem as bolhas existentes no interior e as aderentes às partículas de material devem realizar-se movimentos circulares, assim como rodar o picnómetro no seu eixo, tangencialmente e longitudinalmente.
6. Finalmente, colocar o picnómetro em água até a temperatura estabilizar e registar o valor obtido.

Após 24 horas, o material deve retirar-se com cuidado e proceder à sua secagem, de modo a calcular a massa da amostra saturada com superfície seca (Tabela 3.7).

Tabela 3.7: Massas volúmicas presentes na norma LNEC E64 (1979).

Massa volúmica do material impermeável de partículas [Kg/m ³]	$\rho_{ssd} = \frac{M_1}{[M_1 - (M_2 - M_3)]/\rho_w}$
Massa volúmica das partículas secas em estufa [Kg/m ³]	$\rho_a = \frac{M_4}{[M_4 - (M_2 - M_3)]/\rho_w}$
Massa volúmica das partículas saturadas com superfície seca [Kg/m ³]	$\rho_{rd} = \frac{M_4}{[M_1 - (M_2 - M_3)]/\rho_w}$

Em que:

- M_1 é a massa do material com superfície seca ao ar, em gramas;
- M_2 é a massa do picnómetro contendo o provete de material saturado, em gramas;
- M_3 é a massa do picnómetro apenas cheio de água, em gramas;
- M_4 é a massa ao ar do provete seco em estufa, em gramas

Foi também determinada a baridade dos ligantes produzidos, que corresponde à massa de uma dada amostra que ocupa um volume conhecido. Na Tabela 3.8 resumem-se os valores de baridade obtidos para os vários ligantes utilizados no trabalho. A massa volúmica foi apenas determinada para os materiais não tratados e tratados a 700°C, admitindo-se que para outras temperaturas a massa volúmica não varia de forma significativa. Na realidade existem diferenças entre as várias massas volúmicas, pois os cimentos foram sujeitos a graus de desidratação diferentes e no caso dos cimentos tratados acima de 800°C, ocorrem fenómenos adicionais de descarbonatação. Para efeitos de comparação, na Tabela 3.8 indicam-se também os valores obtidos para o CEM I.

Tabela 3.8: Massa volúmica e baridade dos ligantes utilizados na produção de argamassas.

Designação	400FP	500FP	600FP	700FP	800FP	900FP	CP	NT	CEM
M.V. [Kg/m ³]	2690*	2690*	2690*	2690	2690*	2690*	2650	2220	3080
Baridade [Kg/m ³]	924	898	864	843	821	814	863	997	1164

*Foi assumido um valor idêntico ao determinado experimentalmente a 700°C, embora na realidade este valor seja diferente

3.4.2 Composição de argamassas

As várias argamassas analisadas no presente trabalho foram produzidas com um traço em peso de 1:3 (ligante: areia), seguindo a composição de referência sugerida na EN 196-3 para argamassas de cimento. A areia consistiu em 35% de areia fina e 65% de areia grossa, de modo a conduzir a misturas de maior compacidade granular. As areias foram previamente secas em estufa de modo a permitir um melhor controlo de água da mistura. A composição das argamassas foi definida tendo em consideração a proporção em volume dos vários constituintes e assumindo um valor de 50 l/m³ para o volume de vazios acidental. Na Tabela 3.9 apresentam-se as utilizadas por litro, para a formulação de argamassas com os seus respetivos constituintes. As composições foram definidas de modo a ter em conta os vários parâmetros que se pretendem analisar, nomeadamente: grau de finura do cimento reciclado (CP, FP); percentagem de incorporação de cimento reciclado CP (20% CP; 50% CP; 100% CP); temperatura de ativação (400 a 900°C); relação a/l.

As misturas foram inicialmente divididas em 3 grupos, representativos de argamassas de referência de maior porosidade (grupo 1 – a/l=0,5; grupo 2 – a/l =0,58) e de maior compacidade (a/l = 0,4). No primeiro grupo, as argamassas foram produzidas com diferentes percentagens de incorporação de modo a possuírem trabalhabilidade semelhante. Como se discute em 4.3.1 isso leva a que as argamassas com maior percentagem de incorporação de cimento reciclado apresentem maior relação a/c. Durante esta fase foi também produzida uma argamassa de referência com a/c de 0,67, de modo a permitir uma

comparação direta com a argamassa com 100% de cimento reciclado de igual composição. Foi também produzida uma argamassa com 80% CEM e 20% de material não tratado (NT) de igual composição à argamassa com 20% CP, de modo a avaliar o efeito de filer do cimento não ativado.

Tabela 3.9: Composições utilizadas por litro, para a formulação de argamassas com os seus respetivos constituintes.

Composições	a/l	% Cimento Reciclado	Cimento Reciclado [g]	CEM [g]	Água [g]	Areia fina [g]	Areia grossa [g]
100%CEM.CN	0,50	0	0	482	241	506	939
80%CEM+20%CP.CN	0,50	20	96	383	240	503	934
50%CEM+50%CP.CN	0,56	50	231	231	258	484	900
100%CP.CN	0,67	100	432	0	290	454	843
100%CEM.HW	0,67	0	0	444	297	466	865
80%CEM+20%NT	0,50	20	95	380	238	499	927
100%CEM.MW	0,58	0	0	463	269	486	903
80%CEM+20%CP.MW	0,58	20	92	368	267	484	898
50%CEM+50%CP.MW	0,58	50	228	228	265	480	891
100%CP.MW	0,58	100	451	0	262	473	879
100%CEM.LW	0,40	0	0	507	203	533	990
80%CEM+20%CP.LW	0,40	20	101	404	202	530	984
50%CEM+50%CP.LW	0,40	50	250	250	200	525	975
AR.400FP	0,70	100	428	0	299	449	834
AR.500FP	0,70	100	428	0	299	449	834
AR.600FP	0,70	100	428	0	299	449	834
AR.700FP	0,72	100	424	0	306	445	827
AR.800FP	0,76	100	416	0	317	437	812
AR.900FP	0,77	100	415	0	320	435	809

No segundo grupo, as misturas foram todas produzidas com a mesma relação a/l de 0,58, apesar de apresentarem diferente trabalhabilidade. Desse modo é possível comparar as diferentes misturas de modo a não serem afetadas pela importante influência da relação a/l. No terceiro grupo, as argamassas foram produzidas com relação a/l de 0,40 para percentagens de substituição de até 50% CP. Para estas composições, foi necessário a adição de um superplastificante de base policarboxílica, de designação comercial *MasterGlenium SKY 548*, da BASF. Percentagens de incorporação superiores a 50% CP não permitem a fabricação de argamassas trabalháveis de tão baixa porosidade, devido à sua elevada exigência de água. Finalmente, foi ainda previsto um 4º grupo de argamassas de elevado a/l, produzidas com cimento reciclado de granulometria mais fina (FP) e diferentes temperaturas de ativação (AR.400FP, AR.500FP, AR.600FP, AR.700FP, AR.800FP, AR.900FP). As argamassas foram produzidas com semelhante relação a/l, embora para elevadas temperaturas de tratamento tenha sido

necessário incrementar ligeiramente a dosagem de água, de modo a apresentarem trabalhabilidades semelhantes.

3.4.3 Amassadura, moldagem e cura das argamassas

As argamassas foram produzidas com recurso a uma misturadora de eixo vertical com dispositivo automático para controlo dos tempos de amassadura e velocidade de rotação da pá (Anexo A.4), tendo-se seguido as recomendações indicadas na norma EN 1015-2 (1998). Após humedecimento da cuba da misturadora foi introduzida a água de mistura e o ligante. Em seguida procedeu-se à mistura destes constituintes durante 30 segundos e em modo lento (140 ± 5 rpm). Posteriormente adicionou-se a areia e remexeu-se o conjunto em modo rápido (285 ± 5 rpm) durante mais 30 segundos. Após 60 segundos de repouso, em que se aproveitou para remover a argamassa aderente às pás da cuba, reiniciou-se a mistura em modo rápido durante mais 60 segundos.

Visto que os cimentos reciclados contêm cal livre na sua constituição, parte da água da mistura reage imediatamente com este composto e também é evaporada devido a esta reação ser fortemente exotérmica. Desse modo, uma parte da água da mistura fica quimicamente ligada ou é perdida para a atmosfera, não podendo ser contabilizada na água efetiva da argamassa. De modo a perceber se a “perda” de água por evaporação tem significado, numa experiência à parte a cuba da misturadora apenas com água e o cimento reciclado foi pesada antes e 5 minutos após a mistura. Na Tabela 3.10 resumem-se os valores de perda de massa por evaporação, em percentagem da massa de ligante, obtidos para cada tipo de cimento reciclado estudado. Como se verifica a perda de massa foi em geral inferior a 2%.

Tabela 3.10: Percentagem de perda de massa por evaporação para os diferentes tipos de cimento reciclado.

Designação	700CP	700CP	400FP	500FP	600FP	700FP	800FP	900FP
Relação a/l	0,67	0,58	0,70	0,70	0,70	0,72	0,76	0,77
Perda M. Evaporação [%]	0,97	0,78	0,28	0,69	0,83	1,10	1,50	1,90

De acordo com a norma EN 1015-2, foram moldados provetes prismáticos de argamassa com 160x40x40 mm. A moldagem dos provetes foi realizada em duas camadas com recurso à mesa de compactação, tendo-se executado 60 pancadas por cada camada, de acordo com o previsto na norma EN 196-1. Em seguida os provetes foram mantidos no molde durante 48 horas no ambiente de laboratório, sendo protegidos por uma película plástica na superfície. Após este tempo, procedeu-se à desmoldagem dos provetes e à sua colocação na câmara húmida, de humidade relativa superior a 95%. Dependendo da composição, foram produzidos entre 6 e 12 provetes prismáticos, de modo a serem ensaiados à compressão e flexão entre os 3 os 90 dias de idade, de acordo com o indicado na Tabela 3.11, perfazendo um total de 165 prismas.

Em face da reduzida quantidade de material disponível, após moagem, tratamento térmico e crivagem, para algumas composições realizaram-se apenas ensaios aos 3 e 28 dias de idade. A opção pelos 3

dias de idade teve em consideração a maior reatividade inicial que é usualmente reportada na literatura para os cimentos reciclados (Shui et al 2009, Serpel et al 2013, Zhang et al 2018).

Tabela 3.11: Número de provetes utilizados em cada idade para os ensaios de resistência mecânica.

Composições	Relação a/l	Número de provetes prismáticos para cada idade			
		3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
100%CEM.CN	0,50	3	3	3	3
80%CEM+20%CP.CN	0,50	3	3	3	3
50%CEM+50%CP.CN	0,56	3	3	3	3
100%CP.CN	0,67	3	3	3	3
100%CEM.HW	0,67	3	3	3	0
80%CEM+20%NT	0,50	3	3	3	0
100%CEM.MW	0,58	3	3	3	0
80%CEM+20%CP.MW	0,58	3	3	3	0
50%CEM+50%CP.MW	0,58	3	3	3	0
100%CP.MW	0,58	3	3	3	0
100%CEM.LW	0,40	3	3	3	0
80%CEM+20%CP.LW	0,40	3	3	3	0
50%CEM+50%CP.LW	0,40	3	3	3	0
AR.400FP	0,70	3	0	3	0
AR.500FP	0,70	3	0	3	0
AR.600FP	0,70	3	0	3	0
AR.700FP	0,72	3	0	3	0
AR.800FP	0,76	3	0	3	0
AR.900FP	0,77	3	0	3	0

Na Figura 3.12 ilustra-se o aspeto após desmoldagem dos provetes produzidos com cimento tratado a 400°C e 700°C. Enquanto os provetes com cimento tratado a 700°C apresentavam resistências suficientes para serem facilmente manuseáveis, os provetes de baixa temperatura indicavam à partida uma menor reatividade do ligante.



Figura 3.12: Provetes produzidos com material de dimensões inferiores a 45 µm termicamente ativado a 400°C e 700°C.

3.5 Caracterização das pastas e argamassas no estado fresco

As pastas foram caracterizadas em termos de consistência normal (exigência de água), tempos de presa e expansibilidade do ligante. Por outro lado, as argamassas foram analisadas em termos de trabalhabilidade, massa volúmica fresca e teor de vazios. De seguida descrevem-se as metodologias utilizadas em cada um dos testes.

3.5.1 Pasta de consistência normal e tempos de presa

A consistência normal, os tempos de presa e a expansibilidade foram determinados de acordo com a norma NP EN 196-3 (2006). Inicialmente determina-se a consistência normal da pasta que é medida com base na resistência à penetração de uma sonda com dimensões normalizadas. Para tal, são realizados sucessivos ensaios de penetração, fazendo variar o teor em água, até se atingir a consistência desejada. Em seguida, determina-se o tempo de presa associado ao desenvolvimento de hidratação da pasta de consistência normal, por meio da agulha de *Vicat*, apresentada no Anexo A.5.

A consistência normal de uma pasta, como referido anteriormente, ocorre quando o seu teor em água apresenta uma determinada resistência à penetração, pré-estabelecida na norma NP EN 196-3 (2006). Consiste no seguinte procedimento:

1. Medir com precisão 500 g de cimento e uma quantidade de água inicial, por exemplo 125 g;
2. Colocar a água e o cimento no recipiente com cuidado, para não ocorrerem perdas. Esta etapa tem uma duração máxima de 10 segundos;
3. Assim que termina o segundo procedimento, ligar o misturador do Anexo A.4 em velocidade lenta e registar esse instante como “tempo zero”;
4. Ao fim de 90 segundos parar o misturador 30 segundos, durante os quais toda a pasta que se encontra aderida nas paredes e fundo do equipamento deve ser retirada com um raspador e colocada de novo no recipiente;
5. Colocar o aparelho de novo em funcionamento de novo, por um período de 90 segundos. Sendo assim, o tempo total de mistura é de 3 minutos.

Após a amassadura deve determinar-se a consistência normal:

1. Regular o aparelho Vicat manualmente. Fazer descer a sonda até à placa de base a ser utilizada e acertar até ao zero da escala;
2. Colocar a sonda na posição de espera;
3. Introduzir o molde e a placa de base na posição do anexo A.5 e encher o molde com a amostra de pasta;
4. Baixar a sonda até ao ponto em que atinge a superfície da pasta, esperar 1 a 2 segundos para evitar que penetre com velocidade inicial.
5. Aproximadamente 4 minutos \pm 10 segundos após o instante inicial, soltar as partes móveis do equipamento e registar a distância entre a agulha e a placa de base.

6. Registrar o valor da escala: distância entre a face inferior da sonda e a placa de vidro, assim como a razão de percentagem de água utilizada, isto é, o teor a água.
7. Repetir esta metodologia com diferentes teores de água até se chegar à quantidade que conduza a uma distância de 6 ± 2 mm entre a parte de baixo da sonda e a placa de base, e registar com uma aproximação de 0,5%. Este valor é denominado de teor em água de consistência normal.

Tempo de início de presa

1. Preencher o molde *Vicat* com a pasta de consistência normal;
2. Encher o molde com pasta e de seguida colocar ambos num recipiente com água, a uma temperatura de $20 \pm 1^\circ\text{C}$;
3. Após um tempo conveniente, colocar o molde, a placa e o recipiente por baixo do aparelho de *Vicat*, já devidamente calibrado;
4. Baixar a agulha até à superfície de contacto com a pasta e esperar 1 a 2 segundos para não introduzir velocidades iniciais;
5. Soltar as partes móveis numa posição completamente vertical e 5 segundos depois da penetração, ou 30 segundos após libertação da sonda, o que é aproximadamente 4 minutos \pm 10 segundos após o instante. Registrar a distância entre a face inferior da da agulha e a placa de vidro assim como a duração desde o “tempo zero”;
6. Voltar a realizar esta metodologia na mesma amostra em diferentes posições, com algumas restrições: 10 mm da última penetração, 8 mm do bordo e 5 mm das outras penetrações. De referir que não pode ocorrer um tempo superior a 10 minutos entre penetrações.

Tempo de fim de presa

1. Virar ao contrário o molde utilizado anteriormente, com o objetivo de os ensaios serem efetuados sobre a face do provete que estava em contacto com a placa de base;
2. Colocar o molde no recipiente com água, como havia sido feito no ensaio de tempo de início de presa;
3. Após algum tempo, efetuar as medições, tal como no início de presa, até que o valor da penetração seja inferior ou igual a 0,5 mm e registar o tempo decorrido, com uma aproximação de 15 minutos, desde o início da amassadura.
4. Realizar novamente o procedimento, de modo a confirmar o fim de presa, pelo menos em mais duas posições.

3.5.2 Índice de expansibilidade

A expansibilidade dos cimentos reciclados foi medida com base no procedimento na norma NP EN 196-3 (2006). Este ensaio foi também efetuado para o cimento Portland normal para efeitos comparativos. Para o efeito foi utilizado um molde *Le Châtelier*, em metal resistente, com alguma resistência à corrosão e com comportamento elástico. O molde deve estar provido de duas placas, com as mesmas características, uma inferior e outra superior, conforme indicado no Anexo A.6.

A técnica para a realização deste ensaio começa pela preparação de uma pasta de cimento de consistência normal. Em seguida, coloca-se um molde de *Le Châtelier* na placa inferior que se enche imediatamente após a amassadura, sem compactação nem vibração excessivas, apenas com as mãos e com o auxílio de um utensílio de bordos direitos, como uma espátula. Posto isto, deve tapar-se o molde com a placa superior e colocar o conjunto numa sala ou câmara húmida durante $24 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$ a $(20 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$ e a, pelo menos, um nível 90% de humidade relativa.

Ao fim desse período mede-se o afastamento entre as extremidades das agulhas (A), arredondado a 0,5 mm, e mantém-se o banho à temperatura em ebulição durante cerca de $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$. Depois, retira-se do calor, deixa-se arrefecer até à temperatura ambiente e volta-se a realizar uma nova medição (C).

Para o cálculo da expansibilidade determina-se a diferença $C - A$, arredondado ao mm, obtendo-se assim a expansibilidade do cimento.

3.5.3 Calor de hidratação

Com o objetivo de monitorizar a taxa de calor de hidratação libertado pelo cimento reciclado e assim avaliar a sua capacidade e velocidade de hidratação foram efetuados ensaios de calorimetria isotérmica tendo por base o equipamento TAM Air Instruments – Watwers Sverige AB. Os ensaios foram realizados de acordo com o método A (“external mixing”) da EN 196-11 (2018), a uma temperatura constante de 20°C . Foram analisadas amostras de pasta com a/c de 0,7, produzidas com cimento de referência e com cimento reciclado de reduzida granulometria, tratado a 700°C (T700FP). Dado que a pasta com cimento reciclado apresenta elevada exigência de água não foi possível cumprir o valor de a/c de 0,4 especificado na norma.

A preparação das pastas para este ensaio consistiu na pré-mistura de água destilada com o cimento a ensaiar através de uma misturadora de berbequim com velocidade ajustável, adequada para misturas de reduzido volume. O tempo entre o contacto da água com o cimento e a sua colocação no calorímetro demorou menos de 4 minutos, conforme exigido na norma. A massa das amostras foi cerca de 6 gramas, estando entre 3 e 10 gramas conforme especificado na norma EN 196-11 (2018). Como referência foi utilizada uma ampola com uma dada quantidade de água de modo a que a sua capacidade calorífica fosse semelhante à do material a ensaiar. O calor de hidratação foi medido durante 7 dias, conforme recomendado na norma EN 196-11 (2018). Devido à necessidade de estabilização térmica das amostras no equipamento, apenas foi possível considerar como rigorosos os valores medidos após 40 minutos do início do ensaio.

3.5.4 Espalhamento

O ensaio de espalhamento permite medir a consistência de uma argamassa no estado fresco. Determina a capacidade de escoamento da argamassa quando esta é sujeita a uma ação exterior. Neste caso, determina-se o diâmetro médio de espalhamento quando a argamassa é sujeita a um determinado número de impactos verticais numa mesa preparada para o efeito. Este teste é realizado de acordo com a norma EN 1015-3 (1999). Consistindo no seguinte procedimento:

1. Humedecer as faces interiores do molde e da mesa de espalhamento;
2. Proceder ao enchimento do molde com argamassa, até metade da sua altura;
3. Compactar através de 10 pancadas verticais por auxílio da barra de compactação;
4. Completar o molde com a argamassa até ao topo;
5. Repetir a compactação referida;
6. Rasar o molde com uma espátula e exercer 15 quedas da mesa em cerca de 15 segundos;
7. Retirar o molde com cuidado, evitando que o material fique agarrado às paredes;
8. Medir o diâmetro do espalhamento em três direções ortogonais e determinar de acordo com a equação (3.1).

Os dados são apresentados segundo a forma:

$$\text{Espalhamento [\%]} = \frac{\frac{d_1+d_2+d_3}{3}-100}{100} \times 100 \quad (3.1)$$

Em que d1, d2, e d3 são o diâmetro do espalhamento de diferentes direções [mm].

3.5.5 Massa volúmica fresca e teor de vazios

A massa volúmica fresca das argamassas foi determinada de acordo com a norma EN 1015-6 (CEN, 1998), tendo-se utilizado um recipiente cilíndrico com capacidade de 1 litro. Compacta-se a argamassa proveniente da misturadora com auxílio da barra de compactação em duas fases diferentes, onde se dão 25 pancadas por fase e se procede ao seu rasamento no final. Chega-se ao valor final pelo quociente entre a massa de material no recipiente após compactação e o volume do recipiente. Paralelamente foi também estimado o volume de vazios.

3.6 Caracterização das argamassas no estado endurecido

Para as várias composições de argamassas indicadas na Tabela 3.10 em 3.4.2 foram efetuados ensaios de resistência à compressão e flexão a diferentes idades.

3.6.1 Resistência à flexão

A resistência à flexão foi determinada de acordo com a norma EN 1015-11 (CEN, 1999) tendo por base a prensa *Seidner Forma+Teste*, modelo *505/200/10 DM1*, indicada na Figura 3.13. O ensaio da flexão é conduzido para uma célula de carga de 10 KN. É realizado com os provetes de 160x40x40 mm simplesmente apoiados em suportes ajustados de 10 cm. A carga é transmitida a meio vão com uma velocidade de cerca de 0,5 KN/s. A resistência à flexão pode ser determinada pela equação (3.4).



Figura 3.13: Equipamento para os ensaios à flexão e compressão.

$$f_t = \frac{1,5 \times F_f \times l}{b \times d^2} \quad (3.3)$$

Onde se conhece: f_t - Tensão de rotura à flexão [MPa]; F_t - carga máxima aplicada [N]; l - distância entre apoios do equipamento [100 mm]; b - largura do prisma [40 mm]; d - espessura do prisma [40 mm].

3.6.2 Resistência à compressão

Após o ensaio de flexão cada uma das metades do prisma é ensaiada à compressão de acordo com a norma EN 1015-11 (CEN, 1999). A resistência à compressão pode ser determinada de acordo com a expressão traduzida pela equação (3.5).

$$f_c = \frac{F_c}{A} \quad (3.4)$$

Em que: f_c - Tensão de rotura à compressão [MPa]; F_c - Carga de compressão máxima aplicada [N]; A - Área da secção comprimida [1600 mm²].

4 Apresentação, Análise e Discussão dos Resultados

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos no decorrer da campanha experimental descrita no capítulo 3. Inicialmente, procede-se à caracterização do produto sujeito a termo-ativação, tendo em consideração os ensaios de termogravimetria (TG) e difração de raio x (DRX). Posteriormente, procede-se à caracterização do cimento reciclado, nomeadamente no que se refere ao tempo de presa, exigência de água, expansibilidade e desenvolvimento de calor de hidratação. Finalmente, discutem-se os resultados referentes à caracterização das argamassas no estado fresco e endurecido.

4.1 Análise termogravimétrica do cimento hidratado

Na Figura 4.1 apresentam-se as curvas referentes à análise termogravimétrica (TG) e de termogravimetria diferencial (DTG) do cimento Portland normal de referência (CEM) e do cimento hidratado não tratado (NT). O material não tratado analisado foi o de maior granulometria (CP).

Por análise do TG e do DTG observam-se três regiões principais de perda de massa. Tal como apresentado por outros (Alarcon Ruiz et al 2005, Bogas et al 2019, Xinwei et al 2010, Wang et al 2018) a perda de massa até cerca de 400-450°C corresponde à desidratação do C-S-H e decomposição de outras fases hidratadas, como o gesso e a etringite, identificando-se picos relevantes entre 100°C e 150°C no DTG. Esta etapa é designada de fase de desidratação (LdH). Entre aproximadamente 430°C e 550°C ocorre a fase da desidroxilação (Ldx) do hidróxido de cálcio. Finalmente, acima de aproximadamente 550°C desensolve-se a fase de descarbonatação (Ldc) dos produtos carbonatados, com maior relevância entre cerca de 700°C e 800°C. Nesta fase, ocorre também alguma perda de água quimicamente ligada ao C-S-H.

Etapas semelhantes de desidratação foram identificadas por Alonso & Fernandez (2004), destacando-se a perda de água livre dos C-S-H entre 100°C e 250°C, a transformação da portlandite aos 450°C e a decomposição da calcite aos 650°C. Por sua vez Angulo et al (2013), referem também a desidratação total da portlandite entre 430°C e 550°C, embora a fase de descarbonatação tenha ocorrido a maiores temperaturas, até 650°C.

Para efeitos de comparação, na Figura 4.1 apresenta-se igualmente a TG do cimento de origem. Neste caso, como seria de esperar, a perda de massa concentrou-se no intervalo entre 650°C e 800°C, a que corresponde a descarbonatação do filer calcário incorporado no cimento (Ldc). Ainda assim, o valor obtido de α para o CEM (3,8%) indica uma possível hidratação superficial ligeira do cimento armazenado.

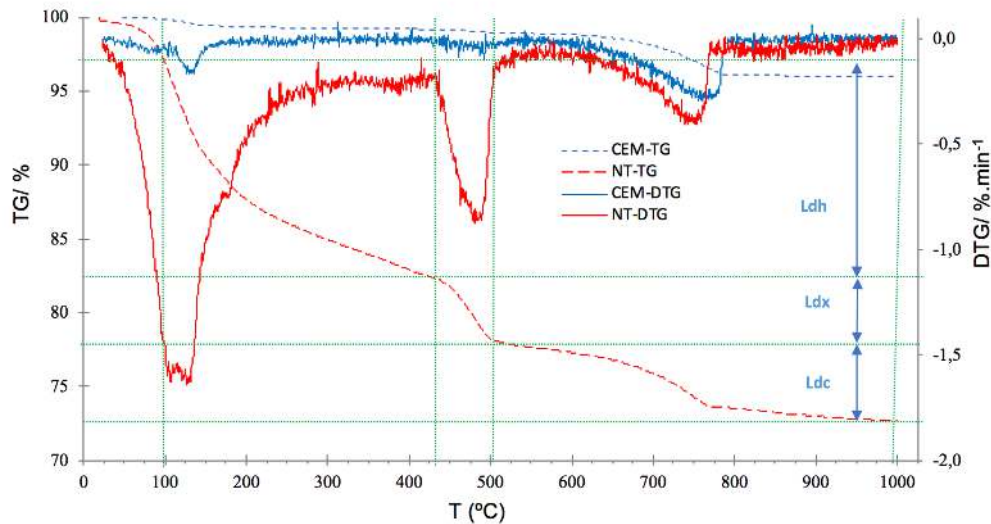


Figura 4.1: Análise termogravimétrica do material não tratado com dimensões entre 45 μm e 125 μm e do cimento Portland ordinário utilizado.

A curva obtida para o NT demonstra, como seria de esperar, que o resíduo de cimento sujeito a reciclagem encontrava-se inicialmente bem hidratado. De facto, tendo em consideração os valores de perda de massa verificados neste material com o aumento de temperatura, é possível estimar o grau de hidratação inicial (α) do cimento moído a partir da Eq (1) e da Eq (2) (Monteagudo et al 2014), em que W_b é a quantidade de água não evaporável e W_n é a quantidade de água requerida para a hidratação completa do cimento anidro (assume-se de forma simplificada que este valor é cerca de 0,23, conforme Neville 1995). Estima-se um valor de 82% para α , o que demonstra o elevado grau de hidratação atingido no cimento hidratado, permitindo simular de forma adequada uma pasta antiga.

$$W_G = L_{dh} + L_{dx} + 0,41(L_{dc} - L_{dca}) \quad (1)$$

$$\alpha = W_G / W_n \times 100 (\%) \quad (2)$$

Na Tabela 4.1 resumem-se os valores de L_{dh} , L_{dx} , L_{dc} , W_b e α estimados para o cimento anidro e hidratado (NT), respetivamente.

Tabela 4.1: Percentagens de CaO existentes nos materiais CEM e NT.

Mistura	L_{dh} [%]	L_{dx} [%]	L_{dc} [%]	α [%]	W_b [%]
CEM	0,65	0,22	0,00	3,80	0,01
NT	13,72	4,18	2,42	82,10	0,19

Visto que no presente trabalho, o cimento hidratado foi termo-ativado a diferentes temperaturas, deverá existir um aumento do teor de CaO livre com a temperatura, resultante da decomposição da portlandite a cerca de 437°C e da descarbonatação da calcite acima de cerca de 650°C. Assim, tendo em conta a massa molar do CaO, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, CaCO_3 e H_2O é possível estimar o valor de CaO expectável para cada uma das temperaturas de tratamento (Tabela 4.2).

Na Tabela 4.2 indicam-se ainda valores estimáveis para a quantidade de CH que resultará da posterior reidratação do CaO em contacto com água, na altura de fabrico das argamassas. Os valores estimados de forma simplificada na Tabela 4.2 assumem que não ocorre carbonatação no forno após a desidroxilação do cimento, nem no período entre o fabrico do cimento e a sua utilização na produção de argamassas.

Tabela 4.2: Percentagens de CaO e de CH para diferentes temperaturas de tratamento de cimento reciclado.

Mistura	T500	T600	T700	T800	T900
CaO [%]	12,5	13,9	15,7	18,7	19,4
CH [%]	16,5	18,4	20,8	24,7	25,6

Baseado apenas nos resultados obtidos na análise termogravimétrica, a obtenção de cimentos suficientemente desidratados, mas sem libertação significativa de CO₂ por descarbonatação, ocorre para 650-700°C. Constatações semelhantes foram obtidos por Bogas et al (2019) e pelos autores Yu e Shui (2013).

Na Figura 4.2 apresenta-se os resultados referentes à análise do fluxo de calor (HF) e do fluxo de calor diferencial (dHF) do cimento não tratado (NT). Estas curvas têm a vantagem de identificar outras reações que podem ocorrer com a temperatura, não envolvendo necessariamente perdas de massa.

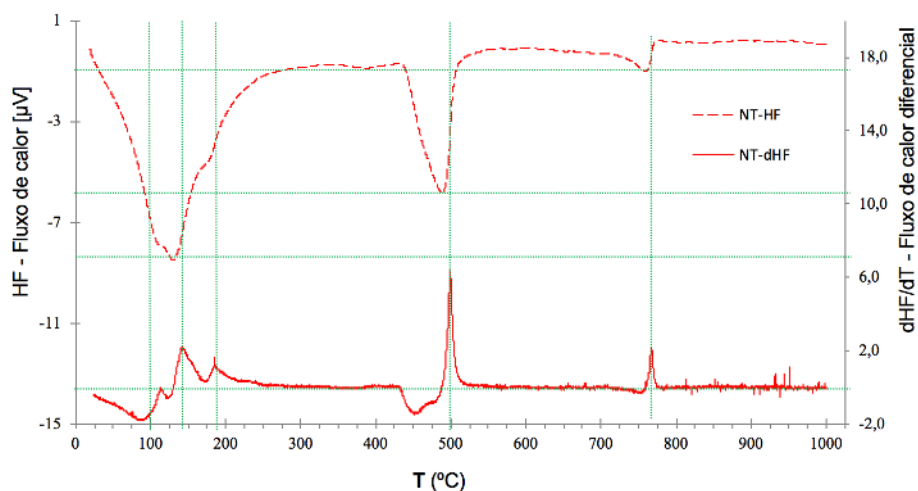


Figura 4.2: Análise de fluxo de calor (HF) e do fluxo de calor diferencial (dHF) para o cimento não tratado (NT).

Na curva de dHF identifica-se claramente dois picos de reações exotérmicas a cerca de 140°C e 185°C, que podem ser atribuídos à decomposição do gesso. O pico endotérmico a 122°C deverá estar relacionado com a decomposição da etringite. Embora de forma ténue, aparecem possíveis picos a cerca de 210-230°C que podem estar relacionados com a remoção de água intercamada da tobermorite (Guimarães, 2016).

Ainda com relevância, confirma-se a reação endotérmica de desidratação da portlandite (a 451°C), bem como a descarbonatação da calcite a cerca de 770°C. De realçar, o pico que aparece a cerca de 498°C, indicador de uma forte reação exotérmica imediatamente após a desidroxilação da Portlandite.

Este fenómeno poderá estar associado à ocorrência de uma carbonatação parcial da cal entretanto criada com a desidratação da Portlandite (Wang, et al., 2018). Isso justificar-se-ia pelo facto das condições do forno a baixa temperatura poderem ser propícias a fenómenos de carbonatação. Este fenómeno pode ainda explicar a aparente menor quantidade de CaO no cimento final (ver 4.2 e 4.3), quando comparado com os valores estimados na Tabela 4.2.

4.2 Difração de raio x (DRX) do cimento tratado e termo-ativado

Tendo por base o procedimento apresentado em 3.4.5, procede-se à caracterização por DRX do cimento não tratado e termo-ativado a diferentes temperaturas. O objetivo é identificar as principais fases criadas no cimento reciclado. Em paralelo, para efeitos comparativos, foi também efetuado o DRX do CPN. Na Figura 4.3 apresentam-se os vários difratogramas determinados para o cimento Portland (CEM), cimento não tratado (NT) e cimento termo-ativado a 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, 800°C e 900°C. Para o cimento tratado a 700°C é ainda apresentado um difratograma com o cimento mais grosseiro CP (700°C).

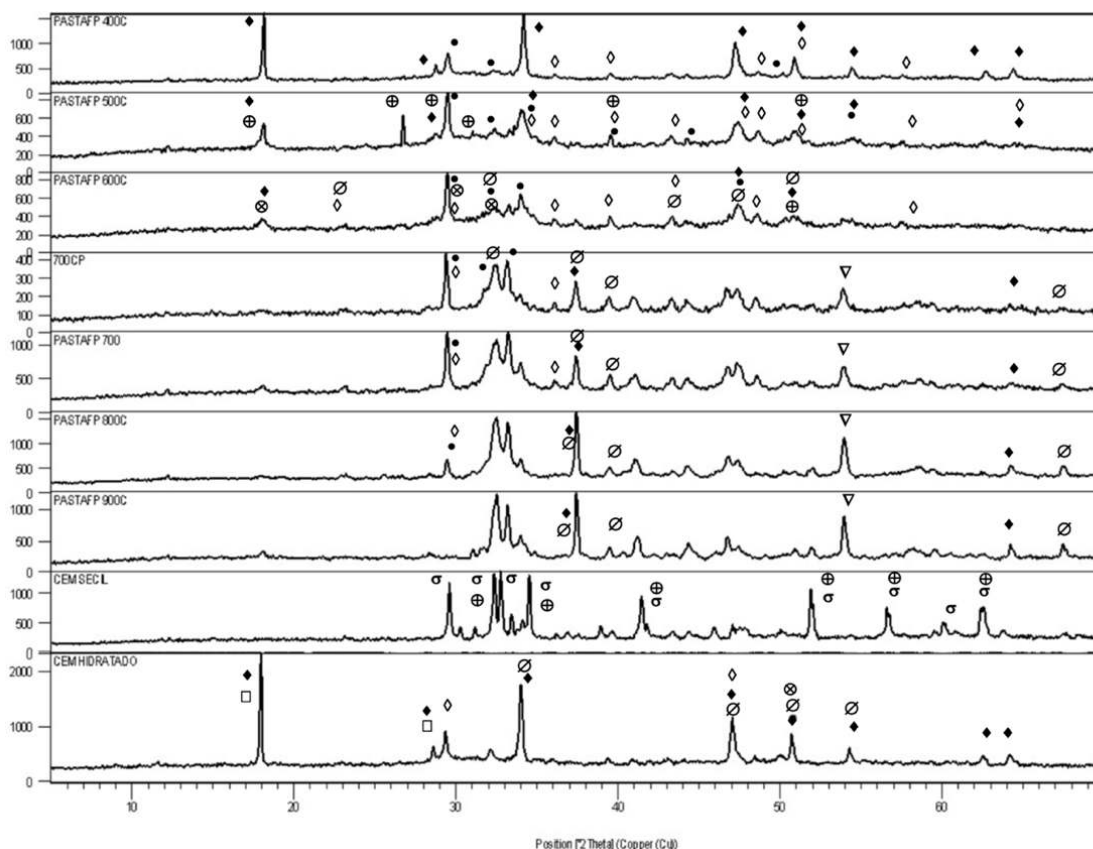


Figura 4.3: DRX dos seguintes cimentos: Cimento proveniente da Secil, 400FP, 500FP, 600FP, 700FP, 700CP, 800FP, 900FP, pasta original após hidratada. Legenda: \blacklozenge - Portlandite, ∇ - CaO, \oslash - Brownmillerite, \oplus - Gismonite, \otimes - Larnite, \square - Etringite, \bullet - Silicatos de cálcio hidratados, \diamond - Calcite, σ - silicatos de cálcio.

O DRX do cimento anidro Portland normal distingue-se dos restantes materiais ensaiados por apresentar os vários constituintes maioritários do clínquer bem definidos, com destaque para o silicato tricálcico que não tem condições de ser formado nos cimentos reciclados de baixa temperatura de

termo-ativação. Entre outras fases cristalinas, confirma-se a presença do gesso utilizado para controlar a presença de aluminatos de cálcio. Destaca-se também a melhor definição e cristalinidade dos compostos identificados, apresentando picos mais estreitos e bem definidos.

No cimento hidratado (NT), não termo-ativado, as fases cristalinas com relevância limitam-se essencialmente à portlandite, etringite e calcite. De facto, após hidratação, as fases hidratadas, nomeadamente os CSH, são de natureza essencialmente amorfa, não se conseguindo identificar por DRX. A ligeira elevação observada na linha do difratograma, entre 30° e 40°, confere a menor cristalinidade deste material. Os picos elevados de Portlandite confirmam o elevado grau de hidratação do cimento não tratado NT, tal como anteriormente constatado nas análises de TG.

Constatações semelhantes foram obtidas por Shui et al (2008) e Alonso & Fernandez (2004), que também identificam em cimentos moídos hidratados a presença de ettringite e portlandite, como fases principais. Ao contrário do que é reportado por Shui et al (2008), a presença de C₂S no cimento não tratado foi pouco significativa. Isso pode estar relacionado com a diferente composição química dos cimentos ou com uma eventual maior hidratação e maior consumo do C₂S nos cimentos utilizados no presente trabalho. Neste caso, Shui et al (2008) procedem à reciclagem de pastas de cimento com 28 dias de idade, ao passo que no presente trabalho a reciclagem foi efetuada sobre pastas com 120 dias de idade.

Ao contrário do observado por outros autores, que tratam termicamente pastas jovens previamente curadas em água (Chromá, et al., 2011), verifica-se que o cimento não tratado apresenta uma quantidade não desprezável de calcite. É possível que parte desta carbonatação tenha ocorrido durante o processo de moagem e armazenamento do cimento reciclado.

Em relação ao cimento termo-ativado a diferentes temperaturas, como seria de esperar, verificam-se transformações relevantes das várias fases constituintes. Face ao NT, no material tratado a 400°C desaparecem os picos referentes à etringite, mas mantem-se presente a Portlandite. O diagrama obtido corrobora os resultados da TG, em que para estas temperaturas ocorre apenas a decomposição da etringite. Naturalmente, para os cimentos tratados a 500°C, 600°C e 700°C ocorre uma progressiva redução da portlandite com o aumento da temperatura, tornando-se pouco significativa nos cimentos tratados a 800°C e 900°C. Seria expectável que este decréscimo de portlandite fosse acompanhado pelo crescimento progressivo da quantidade de CaO. No entanto, apesar de se confirmar essa tendência, a quantidade de CaO formado não é compatível com a redução verificada do teor de portlandite. Tal como na análise de dHF, parte do CaO gerado por desidroxilação da portlandite poderá ser transformado em calcite. Um fenómeno semelhante é reportado por Vysvarilet et al (2014) e Wang et al (2018). Alonso e Fernandez (2004) também reportam um incremento na intensidade do pico de calcite até 450°C. No entanto, apesar da análise de DRX ser apenas qualitativa, não é claro que ocorra um crescimento progressivo do teor de calcite entre 400°C e 700°C. Por outro lado, em cimentos tratados a 650°C no mesmo forno utilizado que neste trabalho, Rocha et al (2016) não verificam a transformação de CaO em calcite.

Nos cimentos tratados acima de 800°C a calcite é descarbonatada e transformada em CaO, aumentando os níveis indesejáveis de emissões de CO₂.

Em relação às restantes fases cristalinas, verifica-se que com o aumento da temperatura entre 400°C e 700°C aparecem frequentemente picos de difração relativos a fases cristalinas de silicatos bicálcios, traduzindo a desidratação efetiva dos C-S-H. No entanto, de acordo com Serpell (2013) e Wang (2018), para valores suficientemente elevados de temperatura, a fase silicata predominante tende para β-C₂S, tornando o cimento reciclado menos reativo. Esta observação corrobora o DRX obtido para temperaturas superiores a 800°C, em que se confirma uma maior cristalinidade da fase formada.

À medida que aumenta a temperatura de tratamento, a altura e definição dos picos tende a aumentar. Verifica-se ainda que para temperaturas de tratamento superiores a 800°C, existe uma menor dispersão e largura dos picos de difração entre 31° e 35°, sugerindo a formação de fases de maior cristalinidade e eventualmente de natureza diferente.

De acordo com Alonso e Fernandez (2004), verifica-se que o tratamento de cimento reciclado a 750°C conduz à formação de um novo tipo de silicato de cálcio com rácio CaO/SiO₂ de aproximadamente 1,78 e que se distingue do β-C₂S presente no cimento Portland normal. De acordo com outros autores, esta nova fase apresenta uma reatividade bastante superior à que se verifica nos cimentos utilizados usualmente. Aos 750°C, os autores afirmam que o gel de C-S-H terá desaparecido e dado lugar a este novo neossilicato com uma estrutura semelhante ao C₂S, mas menos cristalina. Serpell (2017) sugere que este novo neossilicato se apresenta na forma de α'-C₂S, um polimorfo de alta temperatura do C₂S, o que justificaria a sua maior reatividade.

Finalmente, importa salientar que apesar da termo-ativação do cimento reciclado conduzir a um novo produto com potencial de reidratação, este apresenta uma composição bem distinta do CPN, em que se formam diferentes tipos de silicato de cálcio.

No anexo A.7 apresentam-se os difratogramas das argamassas hidratadas preparadas com cimentos tratados a 600, 700, 800 e 900 °C. Na mesma figura apresenta-se ainda o padrão de difração do cimento hidratado não tratado (NT), que resultou da moagem das pastas preparadas com CPN de 120 dias de idade.

A identificação por difração de raios-x (DRX) de eventuais produtos de hidratação desenvolvidos na matriz cimentícia mostrou-se complexa e difícil. Por um lado, os produtos CSH são apenas fracamente cristalinos, dificultando a sua identificação dentro do limite de deteção do equipamento. Por outro lado, a elevada cristalinidade dos minerais presentes nos agregados e a sua elevada proporção nas argamassas introduz um efeito de escala que relega os picos de baixa intensidade de outros constituintes para a linha base do difratograma. Neste contexto, apenas foi possível identificar a presença de portlandite (pico de difração mais intenso a cerca de 18°), que é a principal fase cristalina presente no cimento hidratado.

Assim, devido a este constrangimento optou-se também por efetuar a análise de DRX numa pasta hidratada produzida com cimento reciclado tratado a 700 °C, facilitando a análise. Em termos gerais,

verifica-se que o difratograma do cimento hidratado é semelhante ao do cimento reciclado não tratado, confirmando-se a reatividade do cimento reciclado. Destacam-se como principais fases cristalinas presentes a portlandite, a calcite e a etringite. A portlandite e a etringite são as fases cristalinas comuns dos cimentos hidratados normais identificáveis por DRX, visto que os CSH apresentam estrutura amorfa.

A calcite identificada por DRX está de acordo com a do produto original tratado a 700 °C, podendo ter resultado de carbonatação ocorrida após a moagem, tratamento térmico e armazenamento do material. Uma eventual carbonatação ocorrida após a hidratação não tem significado, até porque os provetes foram curados em água até à idade de ensaio.

Identificam-se ainda fases mais complexas, menos comuns neste tipo de cimentos, como é o caso de hemicarboaluminatos de cálcio hidratados ($C_4A(CO_3)_{0,5}H_{12}$) e alumino silicatos de cálcio hidratados (cowlesite – CAS_2H_6). Os primeiros foram também identificados por Wang et al (2018), tendo em conta análises por DRX e microscopia eletrónica de varrimento (MEV). Esses autores sugerem que parte da calcite existente no produto anidro consegue reagir de forma rápida com os aluminatos para formar novos compostos hidratados. Estas fases de rápida hidratação deverão contribuir para a maior reatividade inicial dos cimentos reciclados.

Finalmente, a presença de alguns picos largos no difratograma demonstra a ocorrência de fases amorfas ou monocristalinas, nomeadamente CSH.

4.3 Caracterização do cimento termo-ativado.

Após tratamento térmico, os cimentos reciclados foram caracterizados em termos das suas principais propriedades físicas e geométricas (capítulo 3), bem como no que se refere à consistência da pasta normal, tempo de presa, expansibilidade, evolução de pH e calor de hidratação. Neste subcapítulo discutem-se os resultados obtidos para estas propriedades relevantes dos ligantes.

4.3.1 Consistência normal

A consistência da pasta normal foi determinada de acordo com o descrito no subcapítulo 3.5, nos cimentos de granulometria entre 45 e 125 μm (CP), para diferentes percentagens de incorporação (20%, 50%, 100%CP), e nos cimentos de granulometria abaixo de 45 μm (FP), para diferentes temperaturas de tratamento (600-900°C).

Na Tabela 4.3 resumem-se os resultados obtidos neste ensaio, nomeadamente no que se refere ao teor em água (tw) das pastas de modo a apresentarem uma consistência pré-definida, de acordo com a norma EN 196-3 (2006). Esse teor em água que corresponde à relação a/l com que foi necessário produzir a pasta de modo a atingir a consistência desejada, é uma medida de exigência de água do ligante.

Em geral, verifica-se um incremento da exigência de água com o aumento da percentagem de incorporação de cimento reciclado, bem como como o aumento da temperatura de termo-ativação.

Face ao CPN, o cimento reciclado exige mais 242% de teor em água para a mesma consistência de pasta. A mesma tendência foi referida por Shui et al (2009), Wang et al (2018) e Xinwei et al (2010).

Tabela 4.3: Tempos de presa e teores de água das consistências normais das várias pastas

Composição	Relação a/l	e [mm]	tw [%]	Início de presa [min]	Fim de presa [min]
100%CEM	0,27	6	26,8	120	200
80%CEM+20%CP	0,33	7	32,5	145	210
50%CEM+50%CP	0,38	7	37,5	125	180
100%CP	0,65	6	65,0	15	32
600FP	0,62	8	61,5	35	200
700FP	0,64	7	63,5	125	170
800FP	0,68	6	67,5	275	390
900FP	0,73	7	73,0	290	405

De acordo com Xinwei et al (2010), a maior exigência de água do cimento reciclado resulta da sua maior porosidade. Shui et al (2009) referem que a maiores temperaturas de tratamento ocorre a despolimerização do C-S-H e a formação de CaO, que conduzem a uma maior exigência de água do cimento reciclado. Por outro lado, o cimento hidratado apresenta uma área superficial maior do que o cimento anidro, que também contribui para uma maior exigência de água. A natureza mais porosa e maior área superficial das partículas de cimento reciclado é igualmente demonstrada por Wang et al (2018). Nas Figuras 3.10 e 3.11 apresentam-se imagens SEM das partículas de cimento anidro e de cimento tratado a 700°C, em que se confirma a maior porosidade e área superficial do cimento reciclado.. Yu e Shui (2013) confirmam que a incorporação de cimento reciclado conduz a maior exigência de água. Os autores atribuem esta maior exigência de água à maior absorção e aglomeração das partículas de cimento reciclado, que não disponibilizam suficiente água livre para garantir as consistências pretendidas.

Para baixas incorporações de CP, até 50%, a exigência de água não foi significativamente aumentada. Para estas composições, o efeito de lubrificação proporcionado pelas partículas de cimento, de menor dimensão, permite reduzir o contacto e a fricção entre as partículas de maior dimensão, melhorando a coesão e aumentando a trabalhabilidade do sistema. (Bogas , et al., 2019).

4.3.2 Tempo de início e fim de presa

Na Tabela 4.3 e Figura 4.4 apresentam-se os tempos de início e fim de presa das pastas ensaiadas em 4.3.1, para a consistência de pasta normal.

Por análise da Tabela 4.3 e da Figura 4.4, constata-se que a incorporação de 100% do material mais grosseiro, termo-ativado a 700°C, conduz a tempos de início e fim de presa muito curtos, de 15 a 32 minutos, respetivamente. Este tempo de presa não permite cumprir as exigências da norma NP EN 197-1 (2001), que sugerem inícios de presa superiores a 45 minutos. Neste caso, a aplicação destes

materiais exige a adição de um retardador de presa. Esta tendência é igualmente reportada por outros autores (Wang et al 2018, Bogas et al 2019, Shui et al 2009, Serpell 2015).

Shui et al (2009) descreve um decréscimo gradual dos tempos de início e fim de presa com o incremento da temperatura, entre 300°C e 800°C. Para 700°C, os autores reportam tempos de início e fim de presa de aproximadamente 25 minutos e 55 minutos, respetivamente. O valor mais baixo de início de presa foi atingido para 800°C (17 minutos), obtendo-se valores ligeiramente superiores para 900°C. Os resultados obtidos foram justificados pelo estado metastável das fases desidratadas no tratamento térmico, que vão querer repolimerizar de forma rápida, contribuindo para tal o efeito de nucleação dos produtos existentes de elevada área superficial.

Bogas et al (2019) reportam também tempos de início e fim de presa inferiores a 30 minutos para cimento tratado a 650°C. Sugere-se que isso poderá estar relacionado com a rápida reidratação dos aluminatos de cálcio, visto que a incorporação de sulfatos, através da adição de gesso, restabelecer os tempos de presa para valores semelhantes ao do cimento Portland normal.

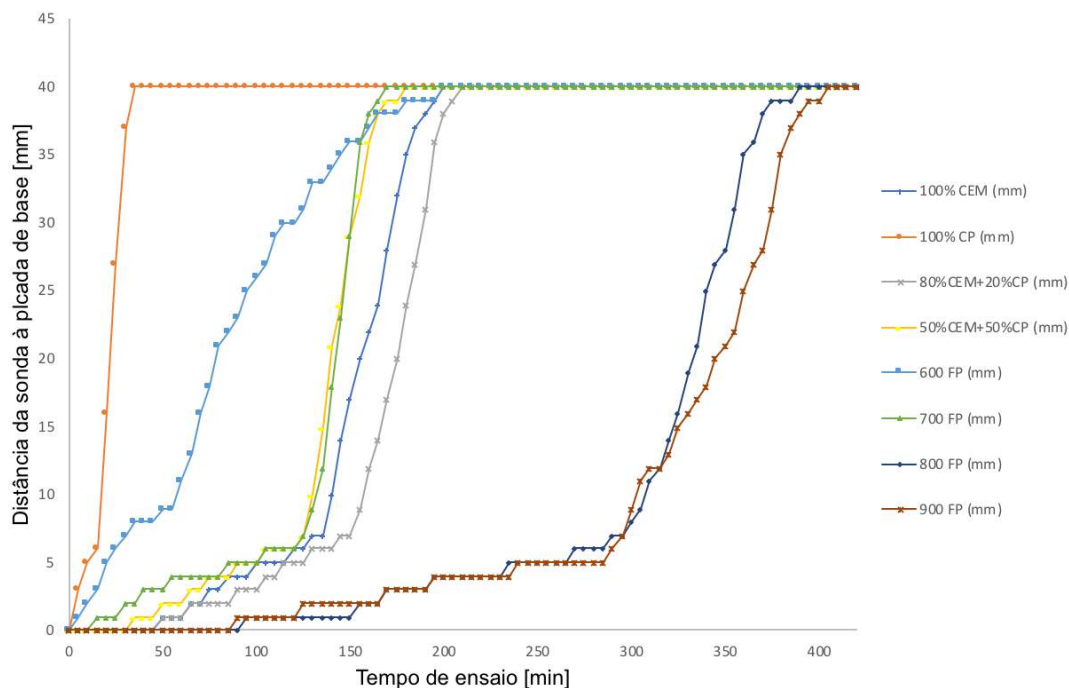


Figura 4.4: Distância à placa de base em função da duração dos tempos de início e fim de presa.

Yu e Shui (2013) verificam ainda que existe uma progressiva redução dos tempos de início e fim de presa com o aumento da incorporação de cimento reciclado entre 5 e 30%. Para 20% de incorporação, o tempo de início de presa foi reduzido em cerca de 10% face ao CPN. No entanto, o mesmo não foi observado no presente trabalho (Tabela 4.3), em que incorporações até 50%CP não afetaram significativamente o tempo de presa.

Por outro lado, ao contrário do verificado por Shui et al (2009), não se verificou uma diminuição gradual do tempo de presa com o incremento da temperatura. Neste caso, o menor valor do tempo de presa foi atingido para o material mais fino termo ativado a 600°C, aumentando fortemente com o incremento da temperatura até 900°C (Tabela 4.3).

Vysvavil et al (2014) também referem um decréscimo dos tempos de presa com o aumento de temperatura até 800°C, o que contraria os resultados obtidos no presente trabalho. O menor tempo de início de presa foi obtido aos 800°C (11 minutos), sendo que para 600°C o tempo de início de presa foi de 160 minutos. Neste caso, os autores atribuem como principal razão do reduzido tempo de presa, o crescente teor de CaO disponível com o aumento da temperatura. Serpell e Lopez (2015) também referem a importância do CaO no desenvolvimento do início de presa, referindo que este composto é responsável por um fenómeno de falsa presa.

Em suma, os vários autores apresentam tendências diferentes e aparentemente contraditórias na evolução do tempo de presa com a temperatura. Alguns fatores como a curva térmica de tratamento e o grau de finura do cimento reciclado podem justificar os diferentes resultados.

Um fator relevante parece ser a quantidade de CaO disponível no cimento reciclado. A reidratação do CaO promove um ressequecimento da pasta, devido à sua elevada exigência de água, que poderá promover um fenómeno de falsa presa.

De facto, durante os ensaios realizados no presente estudo verificam-se que para os cimentos tratados a elevada temperatura, superior a 700°C, ocorria um rápido endurecimento da superfície da pasta, mas que depois não se refletia para o interior da mesma ou que se perdia após a sua remistura. Por outro lado, Shui et al (2009), verificou tempos de presa mais elevados em cimentos tratados a 300°C e 400°C, para os quais a quantidade de CH desidratado e de CaO formado não é significativa. Desse modo, outros factores, como a maior reatividade dos produtos formados a diferentes temperaturas, terá maior importância. Isso permite justificar os menores tempos de presa obtidos a 600°C, em que como se verá a resistência em idades jovens foi superior (4.5). Comparando o tempo de presa dos cimentos FP e CP tratados a 700°C, percebe-se que neste pode ocorrer um problema de aglomeração, conforme discutido em 4.5.

4.3.3 Índice de expansibilidade

Em face da presença de compostos, como o CaO, que podem promover expansões indesejadas no cimento reciclado durante a sua produção e cura, foram efetuados ensaios de expansibilidade de acordo com a EN 196-1 (2005). Segundo esta norma, os cimentos deverão apresentar valores finais de expansibilidade inferiores a 10 mm. Conforme indicado na Tabela 4.4, apesar da expansibilidade ter sido superior nos cimentos tratados a 700°C face ao cimento Portland normal, os valores obtidos respeitam o limite máximo indicado na norma.

Por falta de material disponível não foi possível efetuar o mesmo ensaio para outras temperaturas, esperando-se que os valores de expansibilidade sejam maiores para 800°C e 900°C.

A expansibilidade foi ligeiramente superior no cimento mais grosseiro (CP) do que no cimento de menor granulometria (FP), indicando uma maior presença de CaO no CP. Em certa medida estes resultados corroboram os valores de tempos de presa apresentados na Tabela 4.3, em que o 700CP pode ter sido menos afetado pelo fenómeno de falsa presa. Porém, isso não é claro nos ensaios de DRX apresentados em 4.2.

Tabela 4.4: Resultados obtidos no ensaio de expansibilidade.

Composições	Relação a/l	Expansibilidade [mm]
CEM	0,27	1,70
700FP	0,64	2,40
700CP	0,65	2,80

4.3.4 Análise do pH do material termicamente ativado.

De modo a avaliar uma eventual influência do pH no mecanismo de hidratação dos cimentos reciclados, procedeu-se à sua medição em amostras de pasta, para ambas. Para tal, foram previamente produzidas pastas compostas por 5 g de cimento reciclado e cerca 50 g de água destilada. Estas pastas foram agitadas durante cerca de 5 minutos e após mais 1 minuto, em que se deixou a pasta repousar, mediu-se o pH por mergulho de um papel indicador na solução obtida. Independentemente da temperatura de tratamento, as pastas produzidas com cimento reciclado apresentam valores de pH semelhante e superior a 12.

Apesar da falta de rigor associada ao método das tiras de papel indicador, os valores obtidos foram cerca de 13, tanto nas pastas com cimento reciclado como nas pastas com CPN (Figura 4.5).

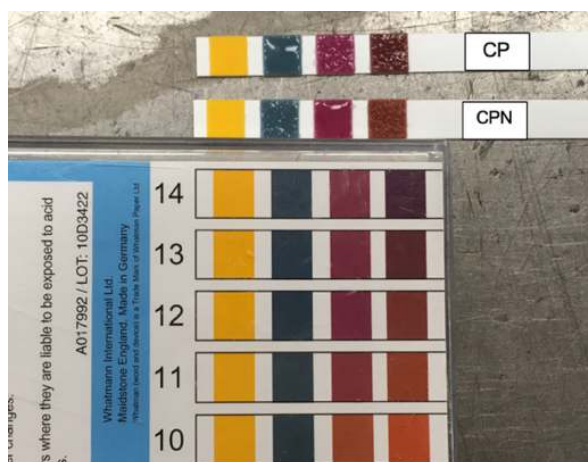


Figura 4.5: Indicadores de pH para as pastas produzidas material CP e CPN.

4.3.5 Evolução do calor de hidratação do cimento reciclado

Nas Figuras 4.6 e 4.7 apresentam-se as curvas de taxa de libertação de calor de hidratação e calor de hidratação acumulado ao longo do tempo, para pastas de a/l de 0,70 produzidas com cimento de referência ou com cimento de granulometria fina (FP) tratado a 700°C.

À semelhança do que sucede no CPN, a curva de hidratação do cimento reciclado é dividida em cinco etapas, correspondentes à dissolução, dormência, aceleração, desaceleração e progressão estável da hidratação (Scrienever e Norat 2001).

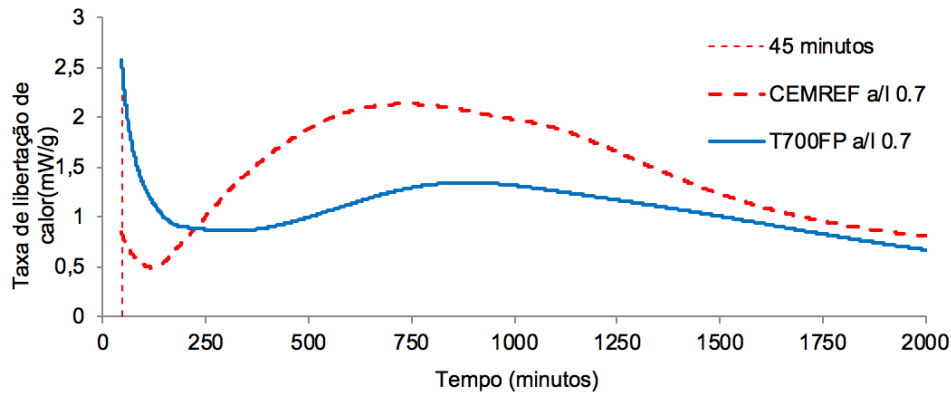


Figura 4.6: Taxa de liberação de calor de hidratação ao longo do tempo para pastas de a/l de 0,70 produzidas com cimento de referência ou com material FP tratado a 700°C

No entanto, no cimento reciclado verifica-se uma maior taxa de calor de hidratação no período inicial, nomeadamente nas primeiras duas horas. Entre os 45 e os 90 minutos o calor libertado no cimento reciclado foi cerca de 2,8 vezes superior ao da pasta de igual a/l com CPN. A diferença deveria ser superior caso tivesse sido possível medir o calor de hidratação para períodos inferiores a 45 minutos, conforme mostra a tendência da curva da Figura 4.6.

Apenas após cerca de 4 horas o teor de calor de hidratação foi menor no CPN do que no cimento reciclado (Figura 4.7), verificando-se que a fase de aceleração no CPN envolve desenvolvimento de menor calor de hidratação.

No CPN esta fase está essencialmente associada às reações de hidratação do C_3S , que não existe no cimento reciclado, e do C_3A na presença de gesso.

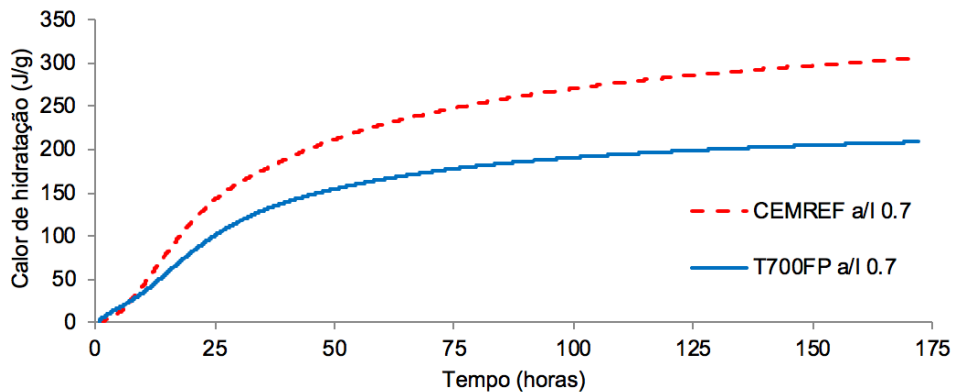


Figura 4.7: Calor de hidratação acumulado ao longo do tempo para pastas de a/l de 0,70 produzidas com cimento de referência ou com material FP tratado a 700°C

Da Figura 4.7 constata-se que após cerca de 6 horas, o calor total libertado passa a ser superior no CPN, verificando-se que às 24 horas e ao fim de 7 dias é 41,7% e 46% maior do que o cimento reciclado, respetivamente.

Desta análise conclui-se que o cimento reciclado apresenta uma maior reatividade no período inicial, sendo que ao longo do tempo tende a desenvolver menores reações de hidratação do que o CPN. Por outras palavras, o cimento reciclado apresenta uma primeira fase de hidratação mais rápida, associada

a uma fase posterior de indução e de aceleração de menor relevância. Isso justifica os aumentos dos tempos de início e fim de presa indicados na Tabela 4.3.

Wang et al (2018) avaliam o desenvolvimento do calor de hidratação em pastas com a/l de 0,55 nas primeiras 72 horas. Tal como no presente estudo, nas primeiras 1-2 horas verificam maior libertação de calor nas pastas com cimento reciclado, neste caso a 450°C e 750°C, do que em pastas produzidas com CPN. Após 72 horas o calor total libertado também foi superior no CPN. Durante os primeiros momentos de hidratação, o maior calor libertado no cimento reciclado foi afetado pela extração do CaO. De acordo com os autores, o facto de se ter formado Wollastonite e C₂S menos reativo no cimento hidratado a 750°C, justificou o menor desenvolvimento do calor de hidratação face ao cimento tratado a 450°C. Estes resultados corroboram a maior resistência à compressão verificada nas pastas com cimento tratado a 750°C. De acordo com os autores, a esta temperatura formam-se fases mais reativas de tobermorite desidratada e jennite desordenada. Para além disso sugerem que a calcite pode contribuir para a aceleração da hidratação por efeito de filler e nucleação.

Zhang et al (2018) analisaram a evolução da taxa de calor de hidratação em argamassas com a/l de 0,50 com cimento tratado a 600°C. Confirma-se uma maior taxa de libertação de calor na fase inicial, sendo cerca de 10 vezes superior ao do CPN. No presente estudo esta diferença foi menor, não foram realizadas medições nos primeiros 45 minutos de hidratação. Após esse período, ocorre um decréscimo acentuado no desenvolvimento de reações.

Por sua vez, Yu e Shui (2013) avaliaram o desenvolvimento do calor de hidratação em pastas com a/l de 0,30 e apenas com 5% de incorporação de cimento tratado a 650°C. Os autores confirmam que a adição de cimento reciclado pretende incrementar o fluxo de calor na fase de aceleração e reduzir o tempo necessário de ocorrência do pico de aceleração. Concluem que a adição de cimento reciclado em pequenas percentagens promove a hidratação do cimento por efeito de nucleação. No presente trabalho, não é confirmado nos ensaios de resistência mecânica apresentados em 4.5.1.

Segundo Shui et al (2009) a maior reatividade inicial do cimento reciclado, resulta da maior área superficial e instabilidade de produtos desidratados que tendem rapidamente a polimerizar-se novamente.

Serpell e Zunino (2017) monitorizam o fluxo de calor durante 7 dias, também em pastas com a/l de 0,70. Verificam-se que os materiais tratados a 750°C libertam menor calor de hidratação a todas as idades do que o cimento tratado a 850°C. De acordo com os autores, a menor reatividade do cimento tratado a baixa temperatura resultado de se ter desenvolvido um polimorfo de silicato bicálcico mais reativo, $\alpha'_H - C_2S$. Finalmente, os autores verificam a existência de uma boa correlação linear entre a resistência à compressão e o calor de hidratação libertado às 24 horas.

4.4 Caracterização de argamassas no estado fresco

As argamassas produzidas para as diferentes composições indicada na Tabela 3.9 foram caracterizadas no estado fresco. Nos próximos pontos apresenta-se e discutem-se os resultados

referentes à massa volúmica fresca teórica (M.V.T) e ensaiada (M.V.E), teor de vazios (Vvaz) e espalhamento (E), que se encontram indicados de forma resumida na Tabela 4.5.

Tabela 4.5: Resultados dos ensaios de massa volúmica, espalhamento e volumes de vazios

Composições	a/l	M.V.E [m ³]	M.V.T [m ³]	E [mm]	Vvaz [%]
100%CEM.CN	0,50	2176	2168	187	4,8
80%CEM+20%CP.CN	0,50	2135	2156	171	6,1
50%CEM+50%CP.CN	0,56	2104	2104	183	5,3
100%CP.CN	0,67	1970	2019	169	7,8
100%CEM.HW	0,67	2157	2072	fluido	1,2
80%CEM+20%NT	0,50	2136	2139	168	6,1
100%CEM.MW	0,58	2211	2121	195	1,1
80%CEM+20%CP.MW	0,58	2191	2109	194	1,5
50%CEM+50%CP.MW	0,58	2141	2092	166	3,1
100%CP.MW	0,58	2060	2065	163	5,7
100%CEM.LW	0,40	2148	2233	189	8,7
80%CEM+20%CP.LW	0,40	2128	2221	177	9,1
50%CEM+50%CP.LW	0,40	2031	2200	161	12,6
AR.400FP	0,70	1689	2010	151	20,3
AR.500FP	0,70	1704	2010	145	19,6
AR.600FP	0,70	1728	2010	181	18,5
AR.700FP	0,72	1813	2002	179	14,1
AR.800FP	0,76	1861	1982	167	11,0
AR.900FP	0,77	1869	1979	163	10,4

4.4.1 Massa volúmica fresca

Na Tabela 4.5 resumem-se os resultados da massa volúmica fresca obtidos nas várias argamassas produzidas no presente trabalho.

A massa volúmica fresca é condicionada pela proporção de massa volúmica dos seus constituintes, bem como pelo teor de vazios acidentados incorporados durante a sua produção. Por esse motivo, na Tabela 4.5 apresenta-se também os valores da massa volúmica fresca teórica e ainda do teor de vazios determinado a partir do ensaio de massa volúmica.

Em geral confirma-se uma redução da massa volúmica nas argamassas com maior percentagem de incorporação de cimento reciclado, pois estes foram produzidos com maior relação a/l e maior volume de pasta. Para além disso, os cimentos reciclados apresentam menor massa volúmica do que o CPN (ver 3.4.1). No entanto, este motivo não será suficiente para justificar a diferença de massa volúmica verificada entre a argamassa de cimento reciclado com a/l de 0,67 e a argamassa de CPN de igual a/l. Neste caso, como a argamassa com CPN, para igual a/l, apresenta consistência fluída, foi possível atingir compacidades maiores para teores de vazios mais baixos do que na argamassa com cimento ativado de consistência mais seca (Tabela 4.5 e Figura 4.8). Existe uma tendência geral para o teor de vazios aumentar com a percentagem de incorporação de cimento reciclado, o que deverá estar relacionado com a menor trabalhabilidade e maior dificuldade de compactação das argamassas.

A consistência seca e a trabalhabilidade pobre das argamassas com cimento tratado a baixas temperaturas, que dificultaram a sua compressão manual no recipiente utilizado para o cálculo da sua massa volúmica fresca, foi também a razão para o elevado teor de vazios encontrado nestas misturas. Neste caso, a massa volúmica medida difere substancialmente da massa volúmica fresca teórica. No entanto, importa salientar que nos provetes produzidos para os ensaios de caracterização mecânica, em que a compactação foi necessária, não ocorreu este problema. Outro fator que contribui para as maiores diferenças de massa volúmica fresca teórica e massa volúmica fresca nas argamassas com temperaturas de tratamento inferior a 700°C, está relacionado com o facto de se ter assumido de forma grosseira que a massa volúmica do material tratado a diferentes temperaturas era idêntico ao do material tratado a 700°C.

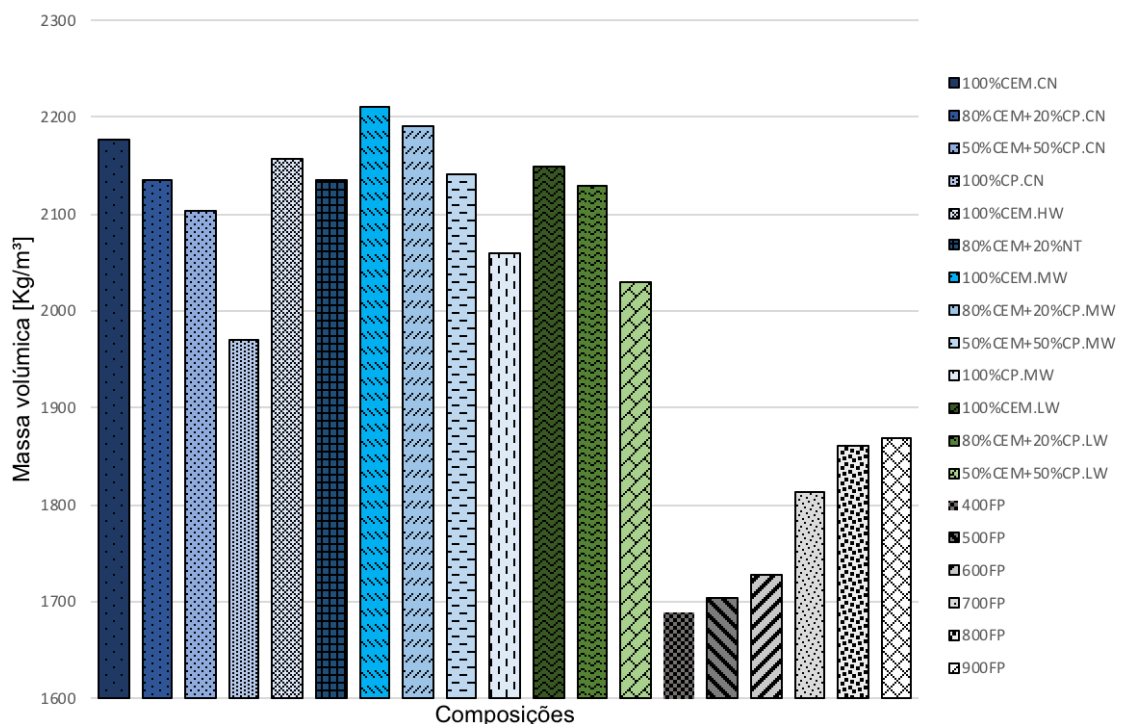


Figura 4.8: Resultados das massas volúmicas frescas para cada composição.

Em relação às restantes argamassas, importa ainda referir que nem sempre as misturas de menor a/l produzidas apresentam menor massa volúmica. Mais uma vez, isso deverá estar relacionado com o menor teor de vazios atingido nas misturas de menor relação a/l, associados a menor fluidez. Exceto nas argamassas com cimento mais fino tratado a diferentes temperaturas, o teor de vazios variou entre cerca de 3% e 8%, não se verificando uma tendência clara para a dependência deste fator do tipo de ligante.

4.4.2 Ensaio de espalhamento

Na Tabela 4.5 e na Figura 4.9 resumem-se os valores de espalhamento obtidos para as várias argamassas analisadas no presente trabalho. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma EN 1015-3 (1999) conforme descrito em 3.5.3. Em geral, as argamassas foram produzidas de modo a

apresentarem consistência normal, enquadrada entre 150 e 170 mm. No entanto, por vezes foram obtidos resultados fora deste intervalo, nomeadamente quando o objetivo foi produzir e analisar misturas de idêntico a/l.

Em relação às misturas com 100% de CPN, verifica-se, como seria de esperar, que o espalhamento foi maior nas misturas de maior a/l (Tabela 4.5). Apenas na mistura com a/l de 0,4 não se verificou essa tendência, pois foi adicionado superplastificante em substituição de parte da água de mistura.

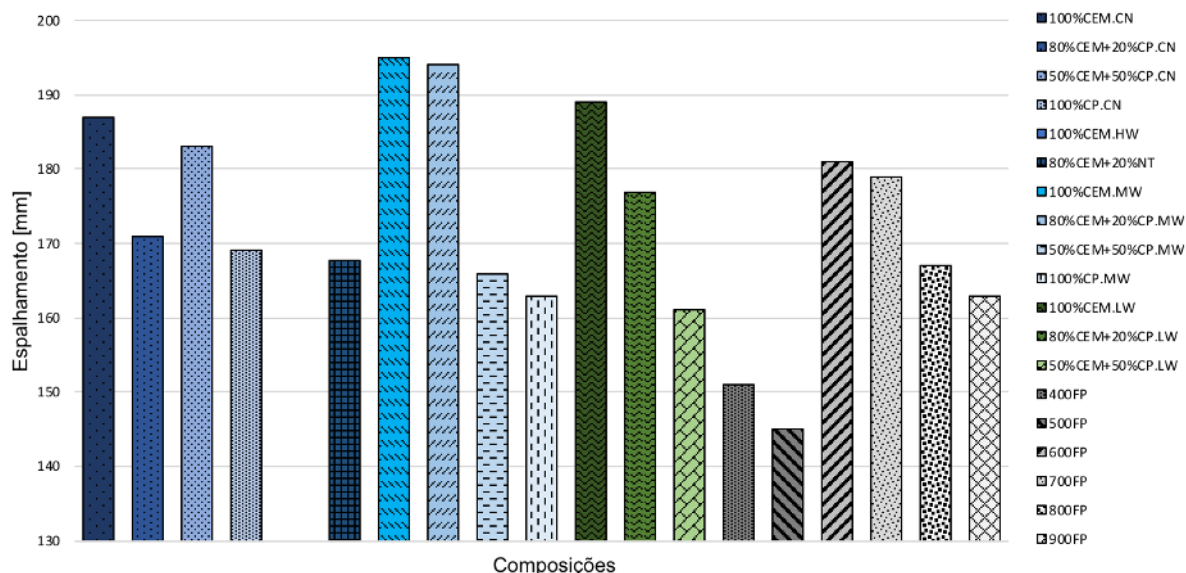


Figura 4.9: Resultados dos espalhamentos obtidos em função da composição de cada argamassa

Tendo em conta as argamassas com diferente percentagem de incorporação de cimento reciclado e diferente relação a/l cujo objetivo inicial era a produção de misturas de trabalhabilidade semelhante, confirmam-se espalhamentos da mesma ordem de grandeza. Neste caso, visto que o cimento reciclado está associado a maior exigência de água (ver 4.3.2), as misturas com maior percentagem de substituição estão associadas a maior a/l. Destaca-se o facto menos positivo da mistura com 100% de CP exigir mais 34% de água do que a mistura com 100% de cimento normal. No entanto, verifica-se que para substituições até 20%CP a variação introduzida na trabalhabilidade foi pouco significativa, sem ter sido necessário alterar a relação a/l. Para 50% de substituição, o incremento da relação a/l foi de apenas 12%.

De modo a garantir uma melhor avaliação da contribuição do cimento reciclado foram também produzidas misturas de igual a/l (0,58) e diferentes percentagens de substituição. Neste caso, para idêntico a/l, a incorporação de 50%CP conduziu a uma redução de 14,8% no espalhamento, ao passo que para substituições até 20% confirma-se que a alteração da trabalhabilidade não é significativa. No entanto, para 100% de substituição, a exigência de água foi de tal forma elevada, que houve necessidade de incorporar 1% de superplastificante de modo a obter argamassas trabalháveis.

Finalmente, nas misturas com a/l de 0,40 verifica-se também que, de modo a atingir idênticos espalhamentos, as misturas com maior percentagem de incorporações de CP necessitam de maior quantidade de superplastificante.

Embora não seja um fator condicionante para as argamassas produzidas neste trabalho, importa referir que o ensaio de espalhamento é afetado pela massa volúmica das argamassas, visto que esta é a força motriz do ensaio. Neste caso, as misturas com maior percentagem de incorporação de cimento reciclado estão associadas a maior trabalhabilidade para um dado espalhamento.

A maior exigência de água e trabalhabilidade das misturas com cimento reciclado foi igualmente documentada por outros autores (Bogas et al 2019; Serpell et al 2015; Wang et al 2018; Xinwei et al 2010). Em geral, podem ser atribuídas as mesmas razões referidas em 4.3.1 (consistência normal), nomeadamente o maior estado de aglomeração, a maior porosidade e a maior área específica das partículas do cimento reciclado.

Em relação às argamassas produzidas com 100% de cimento reciclado tratado a diferentes temperaturas, constata-se que a incorporação de cimento termo-ativado a 600°C e 700°C conduziu a maior espalhamento para a menor relação a/l. As misturas com cimento tratado até 500°C apresentam maior dificuldade de serem trabalháveis para uma dada relação a/l. Em especial a mistura tratada a 400°C apresentou aspeto arenoso e reduzida coesão entre os seus constituintes.

Por sua vez, as argamassas com cimento tratado acima de 700°C, apesar de evidenciarem adequada trabalhabilidade, exigiram mais água de mistura e maior relação a/l. Tal justifica-se pelo considerável aumento do teor de CaO existente nestas misturas, conforme estimado na Tabela 4.2.

Shui et al (2009), como referido, verificam uma maior exigência de água com o aumento da temperatura, atribuindo esse fenómeno ao maior teor de CaO e maior área superficial das fases desidratadas nos cimentos de maior temperatura. Serpell e Lopez (2015), por sua vez, verificaram que a menor trabalhabilidade era atingida para 800°C, aumentando para temperaturas superiores ou inferiores a esta. Ainda assim, por análise estatística, concluem quem, em geral, a tendência é para que as argamassas com cimentos de menor temperatura de ativação apresentem maior trabalhabilidade, sendo que apenas foram analisados cimentos tratados entre 660 e 900°C.

Wang et al (2018) estudaram a reologia de pastas de igual a/l (0,55) produzidas com cimentos tratados a 120°C, 450°C e 750°C. Os autores constataram que os cimentos termo-ativados a 450°C apresentaram a pior trabalhabilidade, não sendo inclusivamente possível medir os seus principais parâmetros reológicos. A mistura com cimento a 120°C evidenciou trabalhabilidade semelhante à do CPN. As pastas a 750°C apresentaram trabalhabilidade intermédia. A fraca trabalhabilidade da pasta com cimento tratado a 450°C foi atribuída à morfologia das partículas de cimento recicladas a esta temperatura, que apresentaram elevada área superficial e superfície rugosa. No presente trabalho foram analisadas misturas com partículas de dimensões na ordem dos 150 µm de diâmetro e ainda mais grosseiras, até 300 µm, constatando-se que reduzindo a área superficial a trabalhabilidade manteve-se baixa.

Bogas et al (2019) analisaram argamassas produzidas com diferentes percentagens de incorporação de cimento termo-ativado a 350°C e 650°C. Confirmam que a trabalhabilidade diminui com o aumento da percentagem de incorporação de cimento reciclado. À semelhança do observado no presente

trabalho, foram também obtidas menores trabalhabilidades nos cimentos tratados a 350°C do que a 650°C. De referir que os cimentos reciclados eram mais grosseiros, com dimensões entre 125-150 µm.

Importa ainda referir que as misturas com cimento reciclado de menor massa volúmica estão associadas a maiores volumes de pasta para a menor relação a/l, o que pode aumentar a exigência de água (Bogas 2019).

No que se refere à influência da dimensão de partículas de cimento na trabalhabilidade, constata-se que os cimentos mais grosseiros tendem a exigir menos água para uma dada trabalhabilidade (700FP versus 700CP). Isso justifica-se pela maior área superficial das partículas de cimento mais fino (FP). No entanto, uma tendência contrária foi reportada por Bogas et al (2019), embora os autores tenham trabalhado com partículas mais grosseiras.

Finalmente, a incorporação de apenas 20% de cimento não tratado (NT) não afetou significativamente a trabalhabilidade quando comparado com a argamassa de cimento Portland normal de igual a/l.

4.5 Caracterização das argamassas no estado endurecido

Neste subcapítulo apresentam-se os resultados referentes à caracterização mecânica das argamassas, bem como as análises de DRX e de microscópico de varrimento eletrónico (MEV) dos cimentos hidratados.

A interpretação e descrição dos resultados será efetuada essencialmente para a resistência à compressão, visto que em relação à resistência à flexão as tendências obtidas foram semelhantes, considerando-se que o comportamento é idêntico.

4.5.1 Resistência mecânica das argamassas

Na Tabela 4.6 resumem-se os valores médios da resistência à compressão e flexão das argamassas produzidas, para as idades em que foram ensaiadas. Na mesma tabela apresentam-se os respetivos coeficientes de variação, que abrangem apenas 3 resultados no caso da resistência à flexão e 6 resultados na resistência à compressão (exceto nos ensaios realizados aos 3 dias, como é indicado na Tabela 4.6). No Anexo A.8 apresentam-se todos os resultados obtidos em detalhe.

Em geral os coeficientes de variação foram inferiores a 5% na resistência à compressão e 10% na resistência à flexão, não existindo uma tendência clara de dependência deste coeficiente do tipo de ligante ou idade do ensaio. O maior coeficiente de variação para a resistência à flexão já seria esperado visto que a rotura dos provetes envolve apenas uma seção do provete, estando mais suscetível à influência de defeitos e heterogeneidade na argamassa. Para além disso, a resistência à flexão envolve apenas o ensaio de 3 provetes.

Dado que a resistência à flexão se relaciona com a resistência à compressão estas duas propriedades são analisadas em simultâneo. Para facilitar a exposição e interpretação dos resultados, é analisada de forma independente a influência: da percentagem de incorporação no cimento reciclado para

idênticas trabalhabilidades ou relação a/l; da relação a/l na eficiência do cimento reciclado; da granulometria do cimento reciclado; da temperatura de termo-ativação; da incorporação de cimento não tratado. É ainda analisada a evolução da resistência nas várias argamassas produzidas e comparado o seu desempenho face às argamassas de referência com apenas CPN.

Tabela 4.6: Valores médios das resistências à compressão e à flexão e coeficientes de variância aos 28 dias das argamassas produzidas [MPa].

Composições	3 dias		7 dias		28 dias		90 dias		
	μ_{fcm}	μ_{fctm}	μ_{fcm}	μ_{fctm}	μ_{fcm}	CV_{fcm}	μ_{fctm}	μ_{fcm}	μ_{fctm}
100%CEM.CN	26,6	4,6	44,7	7,9	65,1	2,5	10,8	80,9	11,6
80%CEM+20%CP.CN	33,2	6,1	48,1	7,6	59,7	1,8	8,4	71,3	9,6
50%CEM+50%CP.CN	18,1	3,3	33	5,6	47,1	2,9	8,2	56,3	9,3
100%CP.CN	3,4	1,3	6	2,1	23,1	8,7	5	30,4	5,9
100%CEM.HW	17,5	3,9	27,1	5,6	44,2	5,9	8,7	-	-
80%CEM+20%NT	27,4	4,9	36	7,1	48,4	2,3	8,1	-	-
100%CEM.MW	26,3	5,6	39,9	7,1	51,3	4,9	9,2	-	-
80%CEM+20%CP.MW	22,1	4,9	32,2	7,5	45,6	6,8	8,2	-	-
50%CEM+50%CP.MW	23,8	4,5	29,4	6	39,7	3	7,8	-	-
100%CP.MW	16,4	3,7	21,6	4,3	27,1	6	6,2	-	-
100%CEM.LW	49,1	8,1	61,5	10,1	76,5	4,1	11,9	-	-
80%CEM+20%CP.LW	46,1	8,7	61,7	9,6	74,9	2,9	10,7	-	-
50%CEM+50%CP.LW	35,2	6,3	49,1	8,7	66,9	3	9,2	-	-
AR.400FP	0,6	0,3	-	-	1,2	8,5	0,6	-	-
AR.500FP	4,6	1,5	-	-	9,3	2,3	2,6	-	-
AR.600FP	15,3	3,4	-	-	21,6	2,4	4,6	-	-
AR.700FP	4,9	1,7	-	-	15,9	1,7	4	-	-
AR.800FP	5,6	1,7	-	-	26,4	3,4	4	-	-
AR.900FP	5,1	1,1	-	-	24,6	4,4	6,3	-	-

4.5.2 Incorporação de diferentes percentagens de cimento reciclado

Na Figura 4.10 resumem-se os resultados de resistência à compressão e flexão das argamassas produzidas com diferentes percentagens de incorporação de CP tratado a 700°C, de idêntica trabalhabilidade.

Para as várias idades de ensaio, percentagens de incorporação de cimento reciclado superiores a 20% conduzem a menos resistências mecânicas face às argamassas de referência com CPN. Nas idades iniciais (3 e 7 dias) a incorporação de até 20% de cimento reciclado proporcionou um aumento da resistência mecânica.

As reduções apresentadas nas resistências estão relacionadas não apenas com a menor reatividade do cimento reciclado face ao CEM I 42,5, mas também com o facto das argamassas com elevada

percentagem de cimento reciclado terem exigido maiores teores em água e relação a/l. Na Figura 4.11 indicam-se as várias resistências relativas das argamassas face às argamassas de referência com apenas cimento.

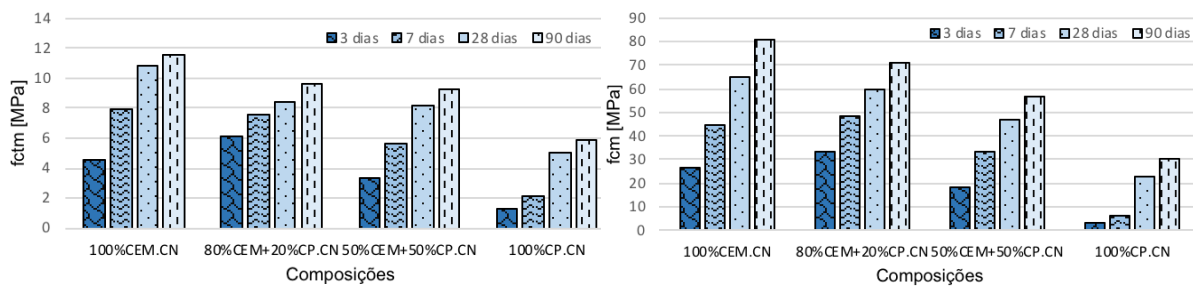


Figura 4.10: Resistências mecânicas para as argamassas de igual trabalhabilidade: 100%CEM.CN, 80%CEM+20%CP.CN, 50%CEM+50%CP.CN e 100%CP.CN.

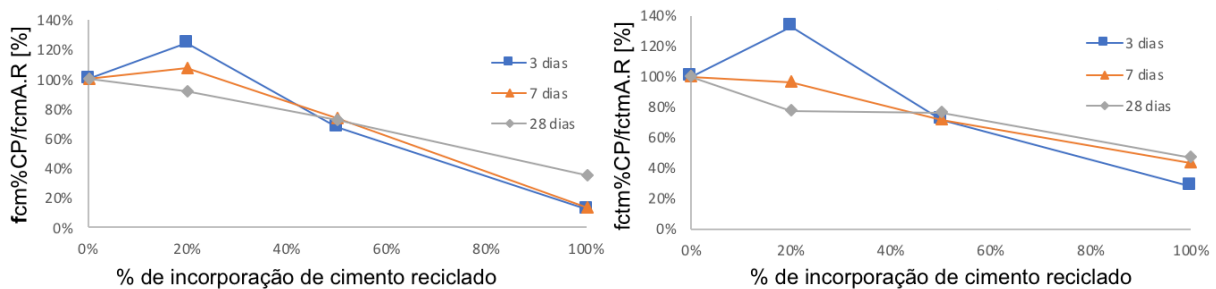


Figura 4.11: Resistência mecânicas relativas para argamassas de igual trabalhabilidade: 100%CEM.CN, 80%CEM+20%CP.CN, 50%CEM+50%CP.CN e 100%CP.CN.

Constata-se que a resistência à compressão aos 28 dias das argamassas com 20%, 50% e 100% de incorporação de cimento reciclado (CP) foi 92%, 72% e 36% da resistência da argamassa de referência, respetivamente. Ainda assim, apesar do elevado a/l da argamassa com 100%CP, esta foi capaz de atingir 23,1 MPa aos 28 dias, demonstrando elevada reatividade.

Bogas et al (2019), em cimento com granulometria inferior a 125 μm e tendo sido ativado a 650°C, reportam reduções da resistência bastante superiores, tendo atingido apenas 8,5 MPa aos 28 dias (cerca de 20% da argamassa de referência) para uma relação a/l idêntica, de 0,68. Assim, no presente estudo, tendo em conta idênticas temperaturas de tratamento e argamassas de igual a/l, foi possível atingir resistências cerca de 3 vezes superiores. Resistências semelhantes, de apenas 8,3 MPa aos 28 dias, foram também reportadas por Shui et al (2008) em pastas com a/l de 0,40 de cimento tratado a 500°C

Resistências à compressão aos 28 dias significativamente inferiores foram também reportadas por Xinwei et al (2010), que em pastas de a/l de 0,5 com cimento tratado termicamente a 750°C, reportam valores de apenas 12,3 MPa, cerca de 21% da resistência da pasta com apenas cimento de igual a/l.

Por sua vez, Shui et al (2009), em pastas com a/l de 0,5, reportam resistências máximas de cerca de 20 MPa aos 28 dias para cimentos tratados a 800°C, aproximadamente 60% da resistência da pasta de referência com CPN de igual a/l. Apesar da menor relação a/l e de se tratar de pastas ensaiadas em provetes de apenas 2 cm de aresta, a resistência foi inferior à obtida no presente trabalho. Por outro

lado, os provetes de origem utilizados para se produzir o cimento reciclado tinham apenas 30 dias de idade, tendo-se constatado que parte da resistência obtida vinha do cimento ainda não hidratado.

Em pastas com a/l de 0,55 e cimento de granulometria inferior a 150 μm termo-ativado a 450°C, Wang et al (2018) reportam resistências à compressão aos 28 dias de cerca de 28 MPa, sendo aproximadamente 80% da resistência das pastas com apenas cimento de igual composição. Estes valores indicam uma melhor eficiência do cimento reciclado produzido pelos autores do que aquele que foi utilizado no presente trabalho. No entanto, os ensaios de compressão foram realizados sobre pastas e para menor relação a/l. Como se observa na Tabela 4.6, para uma relação a/l mais semelhante (a/l=0,58), a resistência à compressão da argamassa foi de 27 MPa, idêntico ao reportado por Wang et al (2018). A comparação da eficiência do cimento reciclado é ainda afetada pelo tipo de cimento adotado na produção de pastas/argamassas de referência dos vários autores.

Como referido, no presente trabalho, para percentagens de substituição até 20%, a resistência aos 3 e 7 dias foi superior à das argamassas de referência. Uma tendência semelhante foi observada por Yu e Shui (2013) tendo em conta pastas de relação a/l de 0,30 produzidas com até 15% de incorporação de cimento reciclado tratado termicamente a 650°C. Os autores confirmam que, pelo menos até 15% de incorporação, a resistência à compressão aos 3 e 28 dias foi superior à da argamassa de referência de igual a/l, tendo-se verificado um valor ótimo de substituição de 10%. Este incremento foi atribuído ao efeito de filler e nucleação proporcionado pelas partículas finas do cimento reciclado sobre as restantes partículas de cimento de menor área superficial. Ao contrário do constatado no presente trabalho, observa-se que para 28 dias a incorporação de até 15% de cimento reciclado foi mais efetiva do que o CPN. No entanto, o cimento reciclado era mais fino, sendo inferior a 75 μm . Por outro lado, no presente estudo foram apenas tratadas percentagens de substituição superiores a 20%. Ainda assim, tal como no presente trabalho, os autores reportam uma melhor eficiência da substituição nas idades iniciais, que está de acordo com a participação do cimento reciclado no efeito de filler e nucleação.

4.5.3 Influência da relação a/l

De modo a fazer um julgamento mais rigoroso da eficiência do ligante reciclado foram também analisadas argamassas com diferentes percentagens de incorporação, para igual relação a/l.

Inicialmente foi produzida uma argamassa fluida com apenas cimento e relação a/l de 0,67, igual à relação admitida de consistência normal da argamassa com 100%CP de consistência normal. Neste caso, a resistência à compressão aos 28 dias da argamassa com cimento reciclado foi 53% da argamassa com apenas cimento CEM I 42,5.

Em seguida foram produzidas argamassas com a/l de 0,58 e diferentes percentagens de substituição. As resistências obtidas a diferentes idades entre 3 e 28 dias apresentam-se na Figura 4.12. As resistências relativas à argamassa de referência apresentam-se na Figura 4.13.

Aos 28 dias, a resistência à compressão para 20%, 50% e 100% de substituição foi 89%, 77% e 53% da obtida na argamassa de referência, respetivamente. Comparando estes valores de resistência com

os verificados para as argamassas com a/l de 0,50 e a/l de 0,67, referidos anteriormente, conclui-se que o nível de eficiência do cimento reciclado não foi significativamente afetado pela relação a/l .

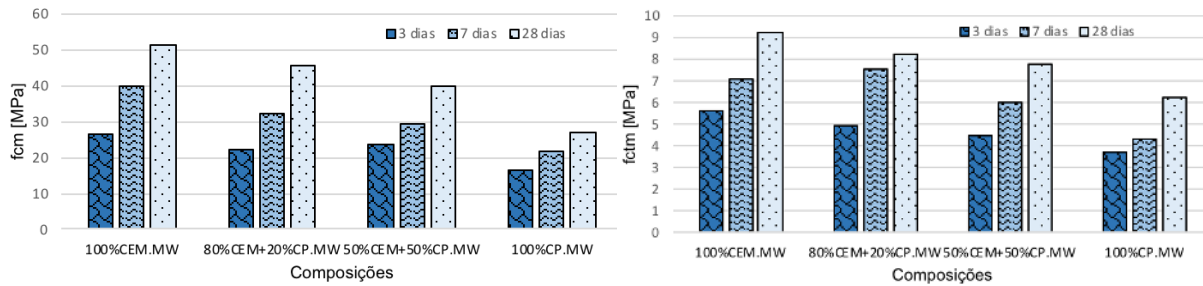


Figura 4.12: Resistências mecânicas para as argamassas produzidas com $a/l=0,58$: 100%CEM.MW, 80%CEM+20%CP.MW, 50%CEM+50%CP.MW e 100%CP.MW.

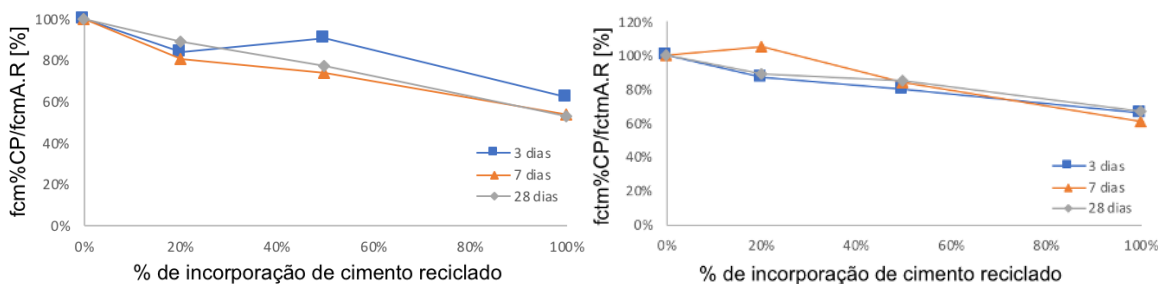


Figura 4.13: Resistências mecânicas relativas para as argamassas produzidas com $a/l=0,58$: 100%CEM.MW, 80%CEM+20%CP.MW, 50%CEM+50%CP.MW e 100%CP.MW

De modo a potenciar a eficiência dos cimentos reciclados foram ainda produzidas argamassas de baixa relação a/l , de apenas 0,40 (Figura 4.14). Devido á reduzida quantidade água de mistura, mesmo adicionando superplastificante, não foi possível incorporar mais de 50% de cimento reciclado. Aos 28 dias, a resistência à compressão para 20% e 50% de resistência foi 98% e 88% da resistência da argamassa de referência de igual composição, respetivamente (Figura 4.15).

Neste caso, o nível de eficiência aumentou face ao anteriormente observado, o que poderá estar relacionado com a microestrutura nos finos das argamassas, potenciando o eventual efeito de filler e nucleação proporcionado pelo cimento reciclado. Por outro lado, como será debatido mais à frente, a maior adição de superplastificante nas argamassas com menor incorporação de cimento reciclado poderá contribuir para uma maior reatividade e eficiência das mesmas.

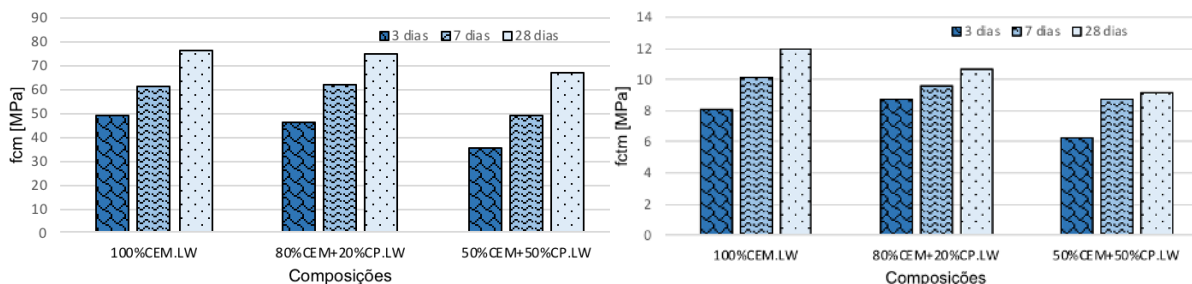


Figura 4.14: Resistências mecânicas para argamassas produzidas com $a/l=0,40$: 100%CEM.LW, 80%CEM+20%CP.LW e 50%CEM+50%CP.LW.

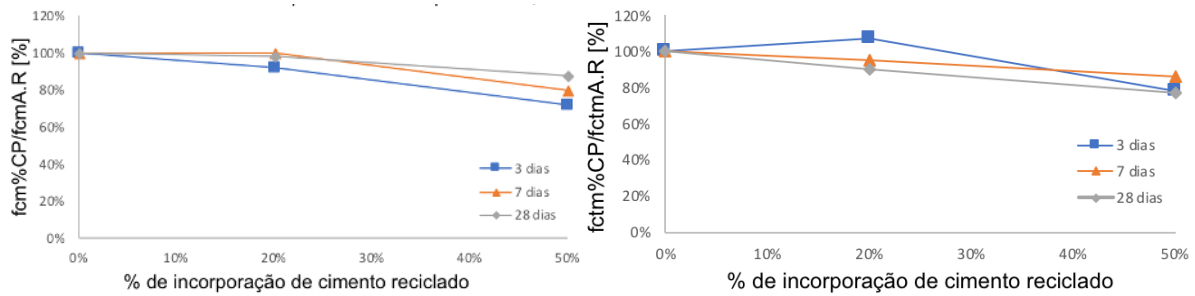


Figura 4.15: Resistências mecânicas relativas para argamassas produzidas com $a/l=0,40$. 100%CEM.LW, 80%CEM+20%CP.LW e 50%CEM+50%CP.LW

Na Figura 4.16 apresenta-se a resistência à compressão aos 28 dias em função da relação a/l para as argamassas com apenas cimento ou argamassas produzidas com diferentes percentagens de cimento tratado a 700°C de maior granulometria (CP). Tendo em consideração as linhas de tendência apresentadas, constata-se que para argamassas de referência, com a/l de 0,5, a resistência à compressão equivalente para 20%, 50% e 100% de substituição deverá ser perto de 60 MPa, 50 MPa e 30 MPa, respetivamente. Isso significa que potencialmente, os ligantes com 20% de cimento reciclado enquadram-se no cimento de classe 52,5, os com 50% na classe 42,5 e os com 100% perto da classe 32,5.

Na Figura 4.16 observa-se um menor crescimento das argamassas com 100%CP de cimento reciclado face às restantes argamassas. Este fator deverá estar em parte relacionado com os problemas de aglomeração discutidos em 4.5.5. Por outro lado, Zhang et al (2018) sugerem que devido à dureza e capacidade resistente dos grãos de cimento verdadeiro, ocorre uma espécie de patamar de resistência, a partir do qual a resistência mecânica deixa de evoluir.

Conclui-se assim que é possível produzir cimentos com reduções significativas de emissões de CO_2 enquadráveis nas várias classes de cimento presentes na EN 197-1. O principal problema reside ainda em resolver a reduzida trabalhabilidade e os respetivos tempos de presa dos cimentos reciclados.

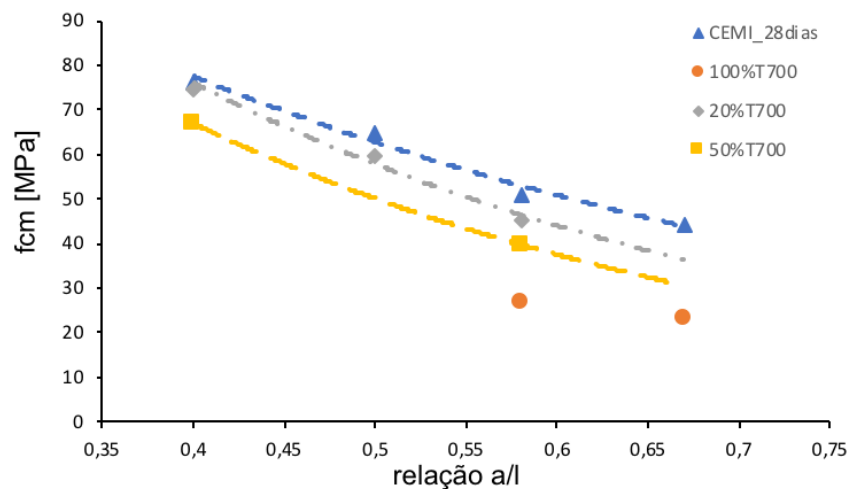


Figura 4.16: Resistência à compressão aos 28 dias, para argamassas com diferentes percentagens de substituição, variando a relação a/l .

4.5.4 Evolução da resistência dos cimentos reciclados

Na Figura 4.17 apresenta-se a evolução da resistência à compressão ao longo do tempo para as argamassas com diferentes percentagens de incorporação de cimento reciclado, tendo em conta idêntica trabalhabilidade ou igual a/l.

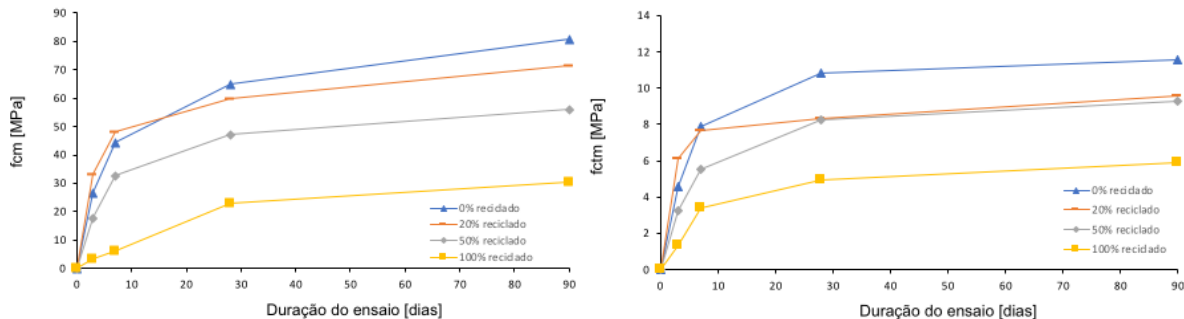


Figura 4.17: Resistências mecânicas ao longo do tempo, para argamassas produzidas com igual trabalhabilidade: 100%CEM.CN, 80%CEM+20%CP.CN, 50%CEM+50%CP e 100%CP.

Verifica-se que ao contrário do sugerido por outros autores (Shui et al 2009, Zhang et al 2018, Wang et al 2018), as argamassas com cimento reciclado, para idêntica trabalhabilidade apresentam uma evolução mais lenta nas resistências até aos 28 dias do que a argamassa de referência com CPN. De facto, a resistência relativa das argamassas com 100%CPN foi 13% e 36% da argamassa de referência, aos 3 e 28 dias, respetivamente.

Shui et al (2009), reportam um rápido crescimento da resistência em pastas com a/l de 0,50 e cimentos tratados a temperatura superior a 600°C, obtendo resistências aos 3 dias comparáveis com a das argamassas com CPN e aos 28 dias de cerca de metade. Em pastas com a/c de 0,55, Wang et al (2018) verificam um comportamento semelhante na evolução da resistência.

Em argamassas com a/l de 0,50 produzidas com cimento tratado a 600°C, Zhang et al (2018) também verificam evoluções mais rápidas da resistência nos primeiros dias de idade quando comparado com as argamassas de igual composição com apenas CPN. Neste caso, conforme referido, os autores atribuem o menor crescimento da resistência a longo prazo das argamassas com cimento reciclado à menor dureza das suas partículas, fazendo com que se atinja uma espécie de patamar limite de resistência.

Por sua vez Bogas et al (2019) constata um comportamento diferente que se aproxima do observado no presente estudo, em que apenas para idades superiores a 7 dias ocorre uma menor eficiência do cimento reciclado. Na Tabela 4.6 é claro o aumento da resistência relativa a partir dos 7 dias de idade nas argamassas com 100%CP.

No entanto, os ensaios de calor de hidratação apresentados em 4.1 indicam uma rápida evolução da resistência que corrobora o estudo apresentado por Wang et al (2018). Por outro lado, para baixas percentagens de incorporação de cimento reciclado em argamassas de igual a/l, a evolução de resistência foi mais rápida do que na argamassa de referência. Assim, outros fatores como a relação a/l e a qualidade da dispersão atingida no ligante podem ter influência neste comportamento.

De facto, na Figura 4.12 verifica-se que para idêntico a/l de 0,58 a resistência da argamassa com 100%CP já foi 62% e 53% da resistência da argamassa de referência aos 3 e 28 dias, respetivamente. Neste caso, terá contribuído o facto de se ter adicionado superplastificante na mistura com 100%CP de modo a possuir menor a/l do que a argamassa de referência. Isso está de acordo com o estudo de Yu e Shui (2013) em que se demonstra que a utilização de aditivos para melhorar a dispersão do cimento reciclado conduz a um mais rápido desenvolvimento de resistência. Na Figura 4.18 apresenta-se a evolução da resistência ao longo do tempo para argamassas produzidas com $a/l=0,58$.

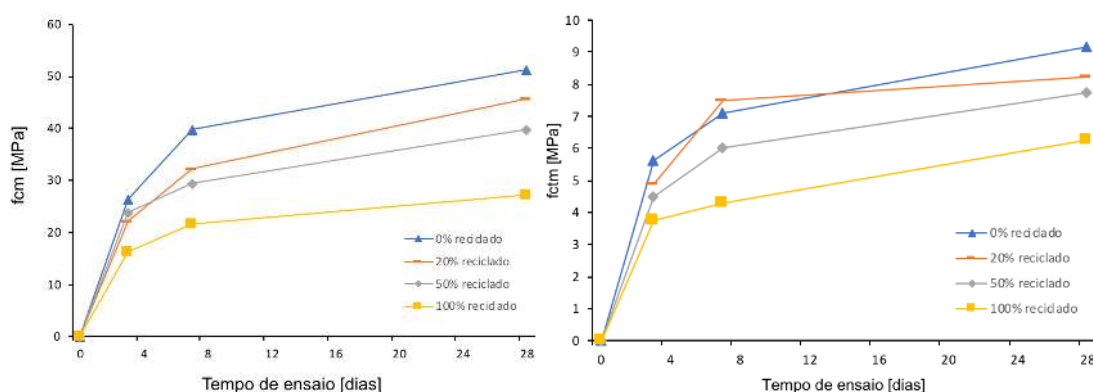


Figura 4.18: Resistências mecânicas ao longo do tempo de ensaio, para argamassas produzidas com $a/l=0,58$: 100%CEM.MW, 80%CEM+20%CP.MW, 50%CEM+50%CP.MW e 100%CP.MW.

No Anexo A.10 demonstra-se a evolução da resistência mecânica das argamassas produzidas com relação a/l de 0,40 para 20% e 50% de incorporação de material reciclado.

Dado que as misturas com 100%CP, em especial as argamassas, apresentam trabalhabilidades mais difíceis, a dificuldade de desaglomeração e dispersão efetiva do cimento reciclado pode ter causado o retardamento da evolução da sua resistência.

Como se discutirá em 4.5.5 os elementos reciclados poderão ter ainda sofrido reidratação parcial na sua superfície que também contribui para a sua aglomeração e dificuldade de dispersão.

Por outro lado, nas misturas de maior a/l , como sucede nas argamassas com cimento reciclado, associadas a maior exigência de água, a velocidade de hidratação tende a ser naturalmente mais lenta, contribuindo também para menores resistências relativas em idades jovens. Quando se comparam argamassas de igual a/l este fator deixa de ter relevância.

4.5.5 Influência da temperatura de termo-ativação do cimento reciclado

Na Figura 4.19 apresentam-se os resultados da resistência à compressão e flexão das argamassas produzidas com 100% de cimento reciclado de granulometria inferior a 45 μm (FP), para temperaturas entre 400°C e 900°C. Para efeitos de comparação, são também indicados os valores referentes à argamassa de referência com CPN, neste caso escolhendo-se a mistura produzida com a/l de 0,67, mais próximo dos valores de a/l das restantes argamassas.

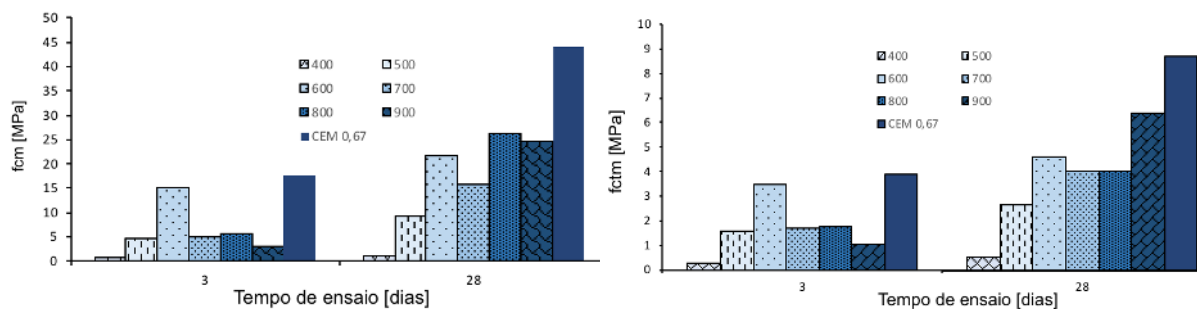


Figura 4.19: Resistências mecânicas para as argamassas produzidas com menor granulometria: 400FP; 500FP; 600FP; 700FP; 800FP; 900FP; 100%CEM.HW

Constata-se que exceto para a argamassa com cimento tratado a 400°C e a 600°C, a resistência inicial aos 3 dias foi semelhante para as diferentes temperaturas de tratamento. O cimento tratado a 400°C revelou baixa capacidade reativa em todas as idades de ensaio, estando de acordo com o verificado por Bogas et al (2019). Nos restantes casos, apenas o cimento tratado a 600°C apresentou reatividade inicial compatível com o que é referido por outros autores. Zhang et al (2018) em argamassas de $a/l=0,5$ com cimento reciclado a 600°C reportam resistências de 21,3 MPa e 30,3 MPa aos 3 dias e 28 dias respetivamente. A relação entre a resistência aos 3 e 28 dias (0,70) foi idêntica à obtida no presente estudo para 600°C (0,71). Conforme discutido, isso poderá estar relacionado com uma melhor desaglomeração e mais fácil dispersão atingida nestas argamassas, que tal como verificado em 4.4.2 foram as que apresentaram melhor trabalhabilidade e para uma menor relação a/l . Aos 28 dias, verificou-se uma tendência geral para a resistência à compressão aumentar com a temperatura de tratamento até 800°C, diminuindo ligeiramente para cimentos tratados a 900°C. Tendências semelhantes são documentadas por outros autores.

Shui et al (2009) analisaram a resistência de pastas de igual a/l produzidas com cimento de dimensão máxima inferior a 75 μm , termo-ativado para temperaturas entre 300°C e 900°C. Os autores confirmam que para baixas temperaturas, inferiores a 500°C, a reatividade do cimento reciclado é baixa, conduzindo a argamassas com resistências semelhantes à das produzidas com cimentos não termo-ativados. Tal como no presente trabalho, a máxima resistência foi também atingida para temperaturas de tratamento de 800°C, ocorrendo um decréscimo da resistência para 900°C. Este decréscimo foi atribuído a transformações ocorridas nos produtos desidratados a 900°C, apresentando uma estrutura menos reativa.

Vysvaril et al (2014) verificaram também contribuições pouco significativas de cimentos tratados entre 200°C e 400°C. Apenas para cimentos reciclados a 600°C e 800°C conseguiram atingir resistências de 13 MPa e 15 MPa em pastas de a/l de 0,75 e de 0,90, respetivamente. A resistência ótima foi também alcançada para 800°C.

Por sua vez, Serpell et al (2017) referem um decréscimo de resistência, que pode ser acentuado, da temperatura de cerca de 750°C para 900°C. Este fenómeno é justificado por parte do α' -C₂S ser transformado em β -C₂S de muito menor reatividade.

Um comportamento que foge às tendências verificadas nos estudos anteriores foi documentado por Wang et al (2018). Para pastas produzidas com cimento termo-ativado a 120°C, 450°C e 750°C, os autores constataam que as maiores resistências foram atingidas para a temperatura intermédia de tratamento. Neste caso, a redução de resistência entre 450°C e 750°C foi atribuída ao facto de para 450°C os C-S-H com estrutura de tobermorite e jennite apresentam uma forma desordenada mais reativa do que a 750°C. Por outro lado, a 450°C verifica-se também uma maior geração de CaCO₃ que eventualmente reage para formar carboaluminatos, podendo também contribuir para o aumento da resistência.

Em relação aos resultados aos 28 dias da Figura 4.19 ocorre um valor anormalmente mais baixo aos 700°C que foge à tendência referida de aumento da resistência com a temperatura. Este fenómeno pode estar relacionado com a maior susceptibilidade dos cimentos reciclados reidratarem parcialmente durante o seu armazenamento, em especial devido à presença de CaO livre na sua constituição. Neste caso, os cimentos de referência, tratados a 700°C, foram os que estiveram sujeitos a maior tempo de espera, dado terem exigido maiores quantidades de produção. O tempo de armazenamento em barrica excedeu os 2 meses, o que poderá ter provocado a reidratação parcial da superfície das partículas com consequente aglomeração do cimento. De modo a verificar este fenómeno foi efetuada uma análise termogravimétrica ao cimento tratado a 700°C após armazenamento (Figura 4.20).

Na Figura 4.20 confirma-se uma perda de massa para temperaturas entre 400 e 500°C, o que está associado à formação precoce de portlandite (reidratação de CaO). Com base no raciocínio descrito em 4.1 estima-se que a quantidade de CH criada foi cerca de 4%, o que representa cerca de 20% do valor máximo calculado na Tabela 4.2 para a temperatura de tratamento de 700°C.

Na Tabela 4.6 confirma-se, por exemplo, que nas argamassas com a/l de 0,58, produzidas cerca de 1 mês depois das argamassas de idêntica trabalhabilidade, o cimento tratado a 700°C teve tendência a ser menos efetivo. De facto, considerando as argamassas com 50% de CP, apesar da relação a/l ser semelhante (a/l=0,56 e a/l=0,58), a resistência no presente estudo foi de 47,1 MPa e no segundo caso de apenas 39,7 MPa (16% inferior).

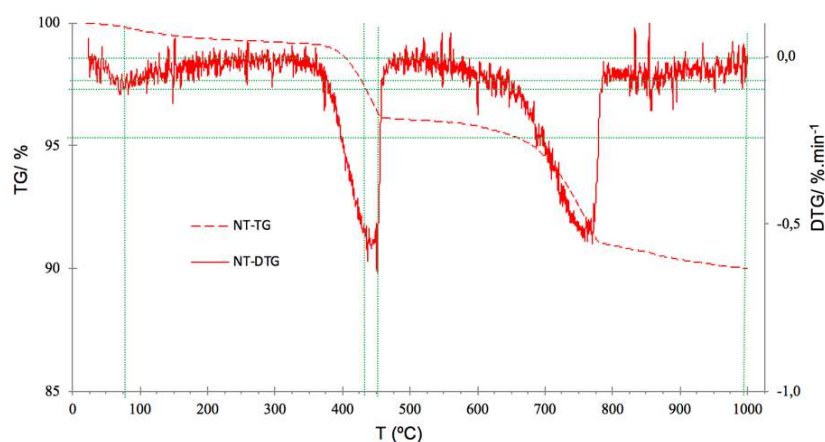


Figura 4.20: Análise TG/DTG do material tratado termicamente a 700°C (FP).

No que se refere aos ensaios de flexão, apenas para a temperatura de tratamento de 800°C não foi verificada a mesma evolução da resistência registada nos ensaios de compressão. Não foi possível encontrar uma justificação para o resultado obtido, sendo aparentemente anómalo.

Finalmente, foi ainda analisado a eficiência do cimento não tratado (NT), quando adicionado para baixas percentagens de incorporação (20%). Comparando a resistência das argamassas com igual *a/l* de 0,50 (Tabela 4.6), verifica-se que a resistência aos 3 dias na argamassa com 20% de NT foi 3% superior à da argamassa com apenas CPN. Isso demonstra que sendo utilizado cimento reciclado não tratado, a resistência inicial pode ser compensada pelo efeito de filler e nucleação proporcionado pelo NT.

Por sua vez, aos 7 e 28 dias a resistência na argamassa com 20%NT foi 19,4% e 25,6% inferior à da argamassa com CPN, demonstrando a incapacidade reativa do cimento não tratado. Quando comparada com a do cimento tratado a 700°C, a argamassa com 20%NT apresentou valores aos 3, 7 e 28 dias de 17,5%, 25% e 19% inferiores às de 20% de CP, respetivamente. Mais uma vez fica demonstrada a capacidade de reidratação dos cimentos tratados termicamente.

4.5.6 Influência da finura do cimento reciclado

Bogas et al (2019) verificam que reduzindo a granulometria média das partículas do cimento reciclado de 125-500 µm para valores inferiores a 125 µm foi possível passar de resistências aos 28 dias de 1,9 MPa para 8,3 MPa (cerca de 4 vezes superior). A redução da granulometria permitiu reduzir a relação *a/l* da argamassa bem como aumentar a reatividade do cimento reciclado.

Na Figura 4.21 resumem-se os resultados obtidos no presente estudo em argamassas produzidas com cimento ativado a 700°C de granulometria inferior a 45 µm (FP) e com granulometria entre 45-125 µm (CP). Como referido em 4.2, a redução da finura do ligante aumentou a sua exigência de água, fazendo com que as argamassas produzidas com FP e CP apresentassem *a/l* de 0,72 e de 0,67, respetivamente. Isso poderá ter contribuído para a menor resistência aos 28 dias verificada nas argamassas com FP face às argamassas com CP. Outro fator que poderá ter justificado a menor resistência das argamassas com FP foi a aglomeração e dificuldade de dispersão eventualmente atingida nestes cimentos de menor trabalhabilidade.

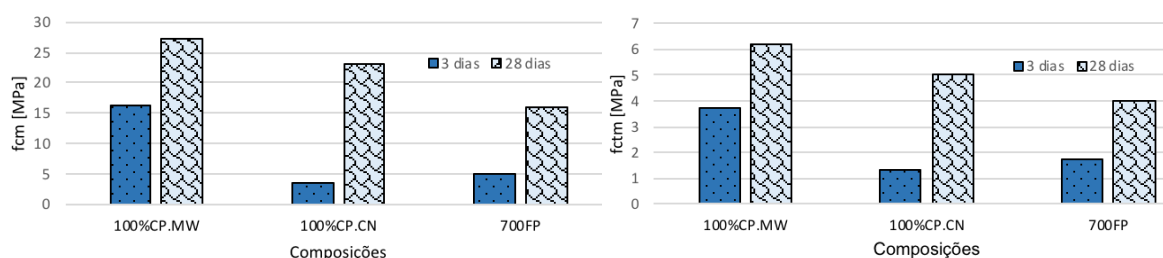


Figura 4.21: Resistências mecânicas para argamassas produzidas com diferentes finuras e *a/l*, tratadas a 700°C. A maior finura do grão torna mais significativo o fenómeno referido de reidratação superficial das partículas de cimento durante o seu armazenamento. Como referido, em face da resistência obtida para o cimento a 600°C e a 800°C, seria de esperar um valor, pelo menos, intermédio entre 22 e 26 MPa.

Ainda assim, constata-se que aos 3 dias a resistência na argamassa com FP foi 44% superior à do cimento com CP. Isso salienta a maior capacidade de filler e nucleação do cimento mais fino, bem como a expectável maior reatividade inicial devido ao aumento da sua área superficial. Um fator que também poderá ter contribuído para as pequenas diferenças obtidas entre as argamassas com FP e CP, está relacionado com o facto de após o tratamento técnico o cimento reciclado ter sido sujeito a uma redução geral da sua granulometria.

Como se demonstra em 3.4.6 o cimento CP, inicialmente entre 45 e 125 μm , após o tratamento térmico passam a ser essencialmente constituído por cerca de 60% das suas partículas abaixo de 45 μm . Isso fez com que a diferença de granulometria entre FP e CP não fosse tão acentuada e o efeito de finura fosse menos determinante.

Leila et al (2017), tendo em conta cimentos reciclados com 75 μm e 150 μm de finura verificam também pequenas diferenças na resistência mecânica com até 15% de incorporação. No entanto, para granulometrias mais grosseiras, de até 300 μm , reportam uma redução respetiva da resistência, conforme documentado por Bogas et al (2019).

4.6 Análise de argamassas de cimentos reciclados com recurso a MEV

Na Figura 4.22 apresentam-se imagens recolhidas em microscópio eletrónico de varrimento (MEV) de argamassas com 3 dias de idade produzidas com cimento reciclado de granulometria mais fina (FP), tratado a 600 °C e a 700 °C. Observa-se o desenvolvimento massivo de produtos de hidratação nos espaços entre partículas, confirmando-se a reatividade do cimento reciclado, conforme também demonstrado nos ensaios de resistência mecânica (4.5) e de DRX (4.2).

Em geral, constata-se que as argamassas com cimento tratado a 600 °C parecem apresentar uma microestrutura mais densa do que as argamassas com cimentos tratados a 700 °C, o que está de acordo com os resultados de resistência mecânica aos 3 dias, obtidos em 4.5.

No entanto, em qualquer dos casos, as argamassas apresentam ainda uma estrutura muito porosa a estas idades, com desenvolvimento nos espaços intersticiais de grandes quantidades de etringite de estrutura acicular (Figura 4.22, em baixo). Estes compostos aparecem intercalados nos espaços remanescentes entre partículas de cimento reciclado e novos CSH reidratados (e eventualmente outros produtos de hidratação) que se formam na sua superfície (Figura 4.22).

Zhang et al (2018), através de observação por MEV de pastas com a/c de 0,5 com cimento tratado a 600 °C, reportam também o desenvolvimento de microestruturas porosas e com vários defeitos. De acordo com os autores, a ligação entre produtos hidratados é relativamente fraca, mesmo após 28 dias.

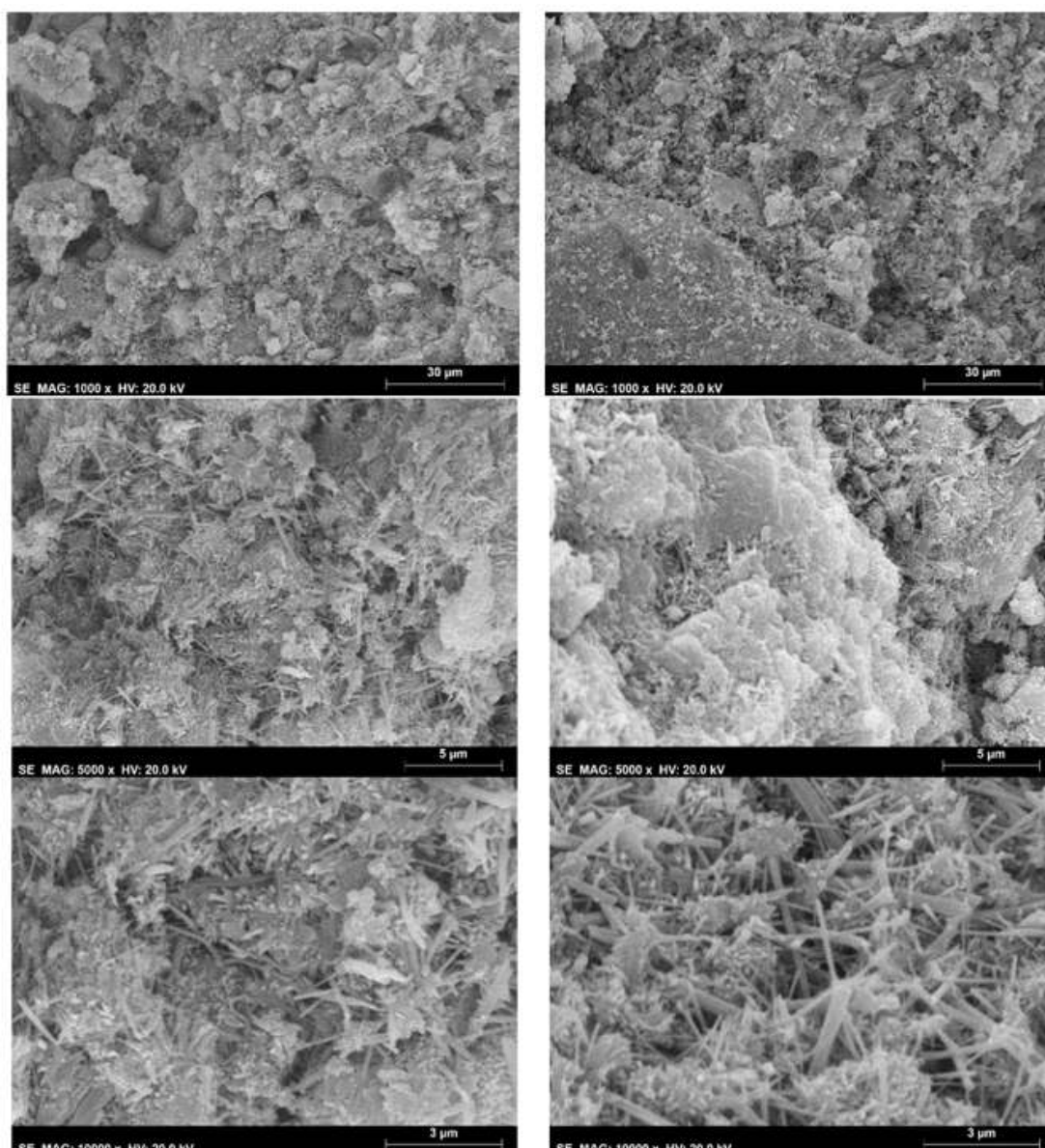


Figura 4.22: Observação em microscópio eletrônico de argamassas produzidas com cimento reciclado de granulometria fina (FP) tratado a 600 °C (à esquerda) e a 700 °C (à direita). Ensaio em argamassas com 3 dias de idade com a/c de 0,67.

Na literatura ainda existem incertezas na identificação dos vários tipos de compostos que se desenvolvem na reidratação dos cimentos reciclados, parecendo apenas existir consenso em relação à formação de CSH e etringite.

Em pastas com a/l de 0,5 e cimento tratado a 500 °C, Shui et al (2008) reportam a presença de aglomerados finos de CSH e etringite nos espaços entre partículas de cimento reciclado, que são os principais responsáveis pela reconstrução da estrutura da pasta. Nas imediações das partículas tratadas de cimento reciclado esses autores referem o desenvolvimento de CSH tipo II, com morfologia em favo de mel, mais semelhante à existente nas pastas de origem. Concluem, em boa concordância com o que se observa no presente estudo, que é obtida uma microestrutura pouco densa.

Num trabalho posterior Shui et al (2009) confirmam estas observações em pastas de consistência normal com cimentos tratados a 600°C, para 3 e 7 dias de idade. Saliendam o facto de se desenvolverem produtos reidratados de dimensão inferior ao dos produtos da pasta de origem. Para outras temperaturas de tratamento, verificaram a obtenção de microestruturas muito porosas a 400 °C, mesmo aos 28 dias, corroborando os resultados obtidos no presente estudo. Por outro lado, em cimentos tratados a 800°C, os espaços entre partículas foram rapidamente preenchidos com produtos de hidratação, confirmando-se a rápida reidratação do cimento reciclado desde os 3 dias de idade.

Wang et al (2018) analisaram a microestrutura de pastas com cimento tratado a 450 °C através de MEV. Destaca-se o facto de os autores terem observado a presença mais significativa de CaCO₃ do que em pastas com CPN, sugerindo-se a formação de carboaluminatos de cálcio por reação das fases aluminadas do cimento reciclado com a calcite. Estes resultados parecem estar de acordo com os resultados da análise de DRX realizada no corrente estudo.

De modo compreender melhor o tipo de produtos de hidratação desenvolvidos nas argamassas com cimento reciclado, algumas regiões das amostras da argamassa com cimento tratado a 700 °C foram também submetidas a análise elementar por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) (Figura 4.23).

Na Tabela 4.7 resumem-se os valores de percentagem em massa de cada um dos principais elementos químicos de interesse identificados nas regiões de análise, que tem uma resolução espacial de cerca de 1 µm. Em profundidade, o volume de análise apresenta a forma de um bolbo, com secção transversal até 1-2 µm (Scrivener, 2004).

Tabela 4.7: Percentagem em massa de cada um dos principais elementos químicos de interesse identificados nas regiões de análise identificadas na Figura 4.23.

Elemento químico	Amostra A		Amostra B		Amostra C	
	Massa (%)	Átomos (%)	Massa (%)	Átomos (%)	Massa (%)	Átomos (%)
C	12.0	23.3	3.6	9.2	16.2	30.5
O	26.7	38.9	10.7	20.7	24.6	34.8
Al	1.9	1.6	2.2	2.5	1.9	1.6
Si	5.4	4.5	7.9	8.7	4.3	3.5
Ca	47.8	27.8	69.5	53.7	44.0	24.8
Fe	2.7	1.1	2.6	1.4	5.6	2.3
Mg	0.8	0.7	0.8	1.0	0.9	0.8
K	0.4	0.2	0.0	0.0	0.3	0.2
S	2.4	1.7	2.9	2.8	2.3	1.6

A observação por MEV confirma a presença de várias fases identificadas por DRX, nomeadamente portlandite, a etringite e compostos carbonatados. Apesar de a elevada quantidade de carbono

identificada por EDS não ser fiável (devido à contaminação do ambiente de ensaio com carbono, inerente ao baixo nível de vácuo), parece confirmar-se a presença deste elemento na amostra. Conclui-se assim que a calcite e eventuais produtos hidratados carbonatados, como é o caso de carboaluminatos, deverão ter sido desenvolvidos. Isso corrobora a análise por DRX apresentada em 4.2. Por outro lado, a razão S/Al (Tabela 4.7) de aproximadamente 1, demonstra que os produtos hidratados de aluminatos não poderão ser apenas constituídos por etringite, mas também por outras fases como carboaluminatos e aluminosilicatos de cálcio hidratados, identificadas no difractorama do Anexo A.7.

De modo a eliminar a influência dos agregados na análise por EDS e assim garantir que a composição química obtida resulta apenas dos compostos anidros ou hidratados do cimento reciclado, foram também ensaiadas amostras de pasta com a mesma idade.

Na Figura 4.23 apresentam-se algumas imagens obtidas de uma amostra de pasta produzida com cimento tratado a 700°C, aos 3 dias de idade. Na Tabela 4.8 resumem-se os resultados obtidos da análise de EDS.

Tabela 4.8: Percentagem em massa de cada um dos principais elementos químicos de interesse identificados nas regiões de análise identificadas na Figura 4.24.

Elemento químico	Amostra A		Amostra B		Amostra C	
	Massa (%)	Átomos (%)	Massa (%)	Átomos (%)	Massa (%)	Átomos (%)
C	7.6	6.4	19.6	11.5	0.0	0.0
O	42.6	14.7	37.0	14.1	51.0	15.9
Al	4.6	0.4	1.1	0.2	1.2	0.1
Si	4.4	0.3	2.3	0.2	2.8	0.2
Ca	30.5	1.1	36.6	1.2	36.4	1.2
Fe	6.5	0.4	1.1	0.2	1.2	0.1
Mg	2.5	0.4	0.1	0.0	1.7	0.2
K	0.0	0.0	0.4	0.0	0.0	0.0
S	1.3	0.2	1.8	0.2	5.7	0.3

Em geral confirma-se a formação dos mesmos tipos de produtos identificados nas amostras de argamassa, destacando-se a presença de carbono, embora em menor quantidade.

Na região A (Figura 4.24), o elemento identificado apresenta elevada relação Ca/Si (7,0) e Ca/C (4,0) e baixo S/Al (0,3), sugerindo a presença de hemi ou carboaluminatos. Na região B (Figura 4.24), a relação S/Al (1,6) e a morfologia das fases identificadas, de estrutura acicular, são compatíveis com a presença massiva de etringite. Na região C observa-se o desenvolvimento de uma capa densa de produtos de hidratação em torno da superfície de uma partícula de cimento reciclado, fazendo uma espécie de auréola.

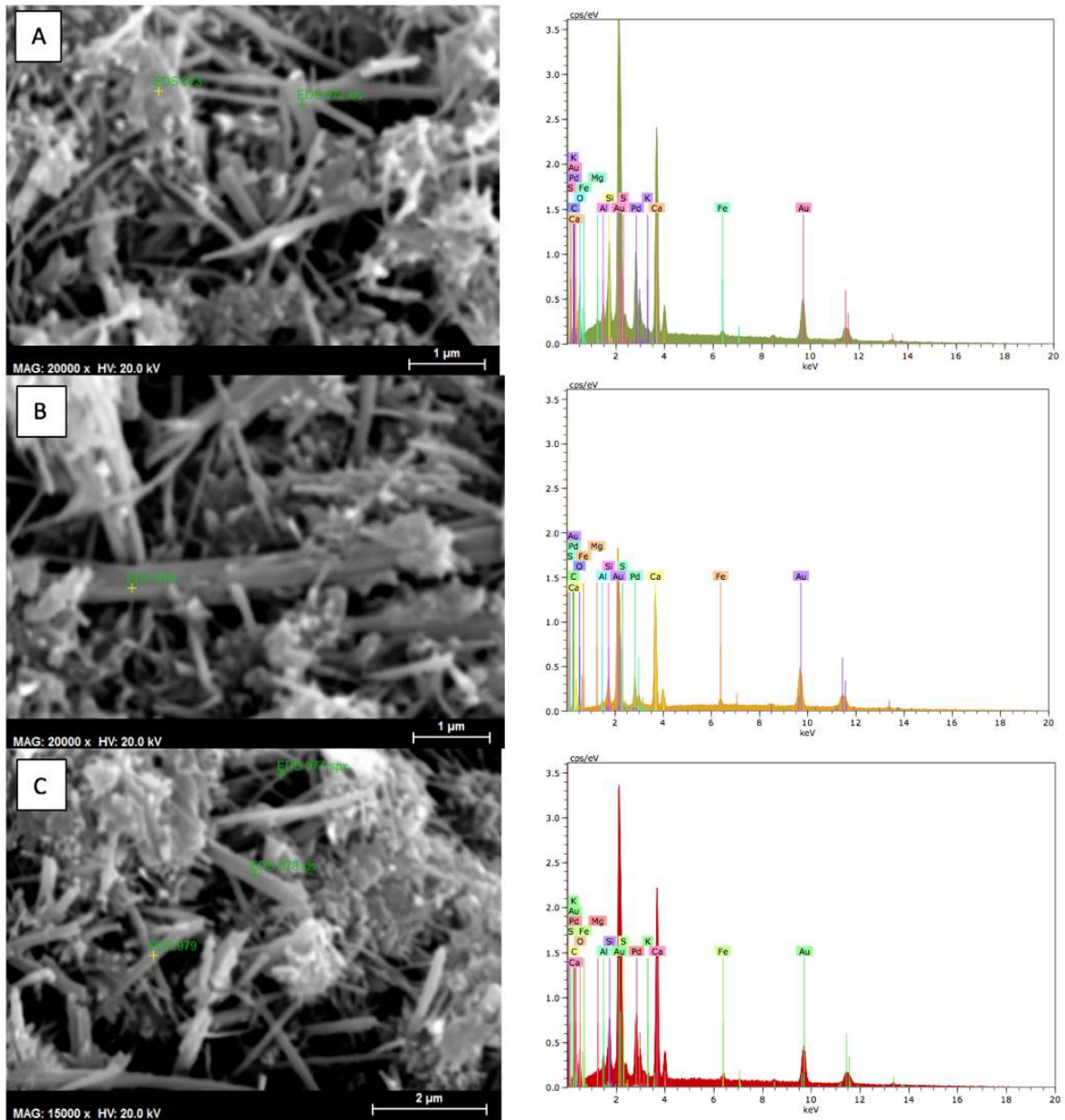


Figura 4.23: Análise de EDS em algumas regiões selecionadas das amostras de argamassa com cimento reciclado tratado a 700 °C de granulometria fina, FP, com 3 dias de idade

O mesmo fenómeno foi observado em outras regiões da amostra. O EDS obtido na região central da partícula identifica essencialmente carbono, o que indicia a presença de portlandite (Figura 4.24, C).

Finalmente, a imagem global da amostra (Figura 4.24, D) salienta a formação generalizada de pequenos nódulos compostos por nano-produtos de hidratação, homogeneamente distribuídos em torno dos grãos de cimento reciclado.

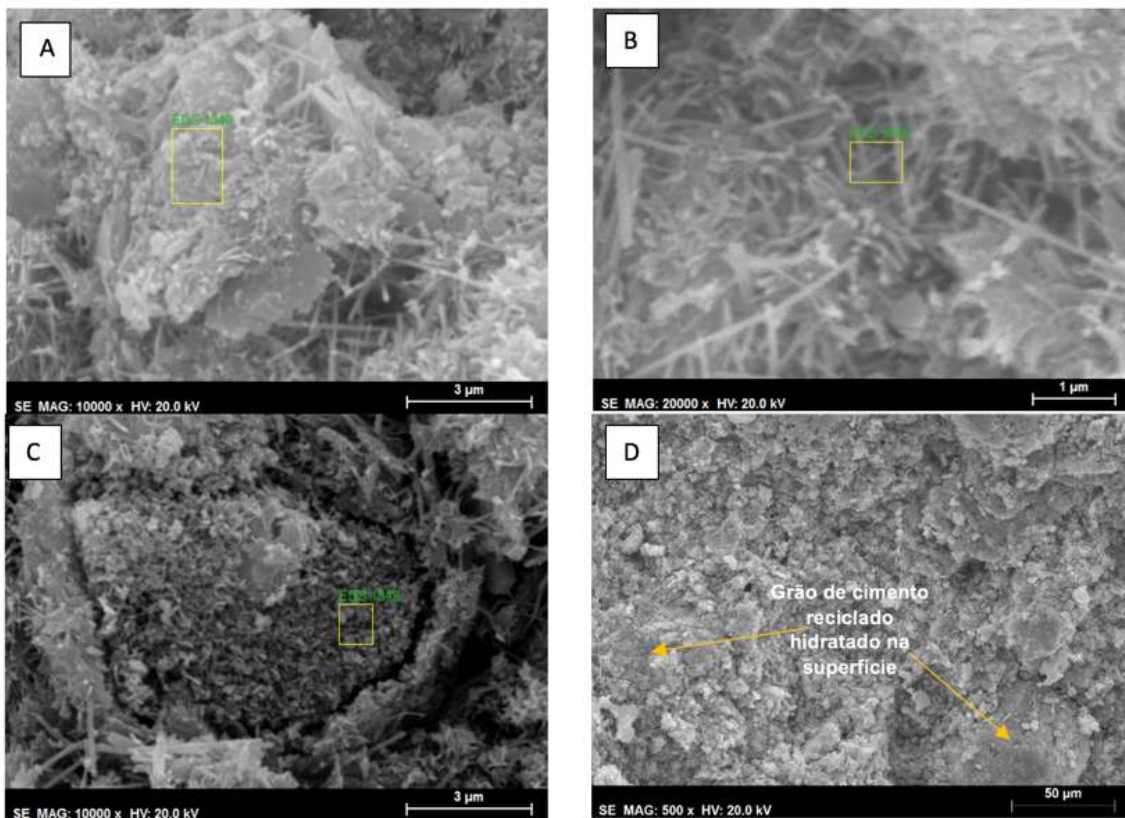


Figura 4.24: Análise de EDS em algumas regiões selecionadas das amostras de pasta com cimento tratado a 700 °C de granulometria fina, FP, com 3 dias de idade e a/c de 0,67.

Na Figura 4.25 apresentam-se imagens SEM da argamassa de referência com CPN, de igual relação a/c e com a mesma idade das argamassas com cimento reciclado observadas na Figura 4.25. Por comparação com os produtos de hidratação formados nas argamassas com CPN, as argamassas com cimento reciclado tendem a desenvolver produtos de hidratação de menor dimensão e de forma mais distribuída em diferentes núcleos, justificando a maior área superficial dos grãos anidros de cimento reciclado. Shui et al (2009) também sugerem o desenvolvimento de produtos de hidratação de dimensão mais reduzida nos cimentos termo-ativados.

De referir ainda que Yu e Shui (2013) realizaram análises em MEV de pastas com 5% de incorporação de cimento tratado a 650 °C. Aos 28 dias, os autores verificam que face a pastas com apenas CPN, a incorporação de cimento reciclado densificou a microestrutura. Concluem que o cimento reciclado permitiu uma maior dispersão dos produtos de hidratação, que se formaram de forma mais fina e homogênea a partir de vários núcleos. Isso ajuda a explicar o bom desempenho observado nas argamassas com 20% de incorporação de cimento reciclado que foram produzidas no presente estudo. No entanto, se o cimento reciclado se apresentar aglomerado, este efeito assume menor relevância. Naturalmente, este fenómeno dilui-se ao longo do tempo, à semelhança do que sucede nos materiais cimentícios com superplastificante.

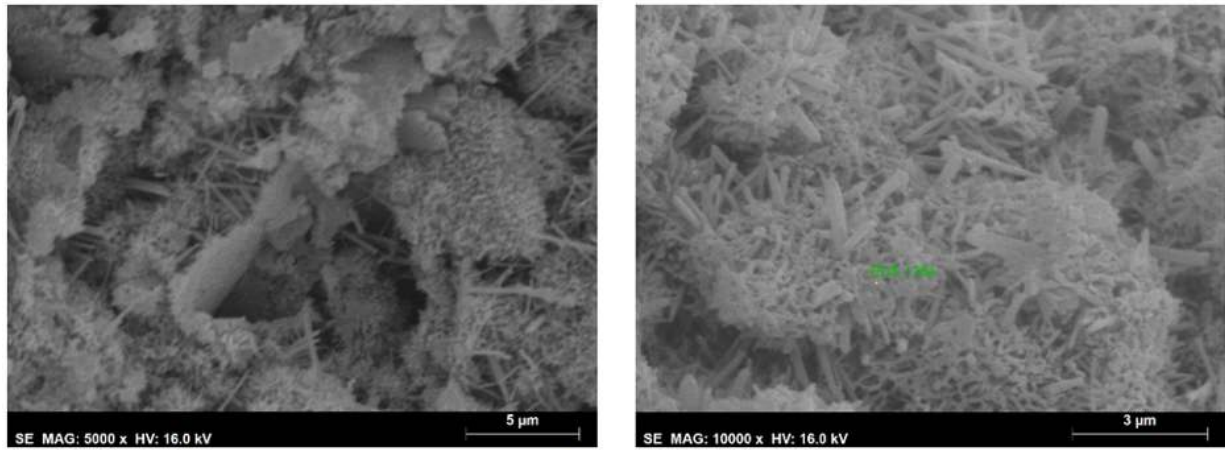


Figura 4.25: Observação em microscópio eletrônico de argamassas produzidas com cimento Portland normal. Ensaio em argamassas com 3 dias de idade com a/c de 0,67.

5 Conclusões

5.1 Considerações finais

Neste capítulo apresentam-se as principais conclusões obtidas no presente trabalho, que envolveu a produção e caracterização experimental no estado fresco e endurecido de argamassas com diferentes percentagens de incorporação de cimento reciclado.

Tendo em consideração os objetivos inicialmente definidos para o trabalho e apresentados no capítulo 1, foi possível demonstrar a reatividade potencial de pasta de cimento inicialmente hidratadas e que foram sujeitas a elevadas temperaturas de termo-ativação, alcançando-se cimentos reciclados de classes de resistência semelhantes às dos cimentos Portland normal (CPN), mas mais sustentáveis e associados a menores emissões de CO₂.

Para além da caracterização física e mecânica de argamassas produzidas com cimento reciclado, foi analisada a influência de diferentes parâmetros na eficiência deste novo ligante, como a temperatura de tratamento, grau de finura, teor de incorporação em substituição de CPN e composição da pasta. No ponto seguinte apresentam-se em maior detalhe as principais conclusões obtidas nestes estudos. Finalmente, são ainda sugeridas propostas de desenvolvimento futuro, com o objetivo de aprofundar o conhecimento existente neste domínio de investigação muito recente.

5.2 Conclusões gerais

Após produção e moagem de pastas de cimento suficientemente hidratadas, representativas de materiais cimentícios existentes, foram definidas as temperaturas de termo-ativação do cimento reciclado, tendo por base ensaios de termogravimetria (TG) e de difração de raio X (DRX).

Conforme seria exetável, os cimentos tratados a maior temperatura desenvolvem maiores quantidades de CaO, resultante da desidroxilação do CH e da eventual descarbonatação do CaCO₃. A obtenção de cimentos suficientemente desidratados e sem libertação significativa de CO₂ ocorre para 650 a 700 °C. Com auxílio de curvas de termo gravimetria diferencial (DTG) e fluxo de calor diferencial (dHF) demonstra-se a desidratação efetiva dos principais compostos da pasta de cimento, em particular dos CSH, etringite, CH e gesso. Constata-se ainda uma aparente carbonatação após a desidroxilação da Portlandite durante o processamento térmico do cimento reciclado, com consequente aumento do teor de calcite no produto final.

Os ensaios de DRX, efetuados para diferentes temperaturas de tratamento, realçam a progressiva despolimerização dos CSH e redução da Portlandite com a temperatura, bem como a consequente formação de nano-produtos de baixa cristalinidade e um novo neossilicato de estequiometria semelhante à larnite (C₂S). Para temperaturas superiores a 800°C, à semelhança do observado por outros autores, constata-se que os silicatos bicálcicos obtidos apresentam-se mais bem definidos e

associados a maior cristalinidade, podendo tornar-se menos reativos. Isso poderá justificar os piores resultados de resistência mecânica obtidos no presente trabalho para as argamassas com cimento tratado a 900°C.

A exigência de água de pastas de consistência normal aumentou com a percentagem de incorporação de cimento reciclado e com o aumento da sua temperatura de termo-ativação. A maior porosidade e área superficial das partículas de cimento reciclado, a eventual aglomeração destas partículas e a presença de cal livre são fatores que contribuem para esta tendência. No entanto, nos ligantes com incorporação de cimento reciclado até 50% a exigência de água não foi significativamente aumentada, existindo um efeito sinérgico entre o cimento reciclado e o CPN que permite manter uma adequada trabalhabilidade do sistema.

Os tempos de início e fim de presa nos cimentos reciclados a 700°C foram inferiores aos do CPN. Em ligantes compostos apenas por cimento reciclado, o início de presa foi inferior aos 45 minutos recomendados na EN 197-1 (2001), o que exige a utilização de retardadores. Isso justifica-se pela elevada reatividade inicial dos cimentos desidratados, conforme comprovado nas análises de evolução da taxa de calor de hidratação. No entanto, ao contrário do observado por outros autores, para percentagens de incorporação até 50% ou em cimentos tratados acima de 800 °C, não se verificaram menores tempos de presa do que nas pastas com CPN. A eventual aglomeração ocorrida no cimento reciclado e o teor de CaO disponível podem explicar esta tendência. Por um lado, conforme reportado por Serpell e Lopez (2015), foi observado um fenómeno de falsa presa, em que o endurecimento inicial da superfície da pasta altera-se após a sua remistura. Por outro lado, eventualmente por maior dificuldade de dispersão, o cimento tratado a 600 °C apresentou menor tempo de início de presa, o que corrobora a maior resistência mecânica destes cimentos em idades iniciais.

Apesar dos cimentos reciclados estarem associados a maiores índices de expansibilidade, devido à presença de CaO, o limite máximo especificado na norma EN 196-1 (2005) não foi excedido. Foi também medido o pH dos cimentos reciclados imediatamente após a sua reidratação, constatando-se que as pastas apresentam valores de alcalinidade semelhantes às de referência, com apenas CPN.

A análise da evolução do calor de hidratação permitiu constatar que caso não ocorra aglomeração, os cimentos reciclados tendem a apresentar uma maior reatividade inicial, durante as primeiras 2 horas, que depois se dilui para idades posteriores, conduzindo a menores valores acumulados de calor de hidratação, após 6 horas, do que o CPN. Apesar dos cimentos reciclados envolverem as mesmas etapas de hidratação do CPN, as reações exotérmicas concentram-se mais no período inicial após o contacto da água com o ligante. Para tal, contribui a maior área superficial do cimento reciclado e a sua maior quantidade de cal livre. De acordo com as análises de DRX e MEV efetuadas nos cimentos hidratados, a reatividade das fases aluminadas e carbonatadas também podem contribuir para este fenómeno.

Após caracterização dos cimentos reciclados foram ensaiadas no estado fresco e endurecido argamassas produzidas com estes ligantes. Como seria esperado, a massa volúmica diminuiu com a percentagem de incorporação de cimento reciclado, devido à menor massa volúmica deste ligante.

Existe um aparente aumento do teor de vazios nas argamassas com cimento reciclado, que também contribui para a redução da massa volúmica da argamassa e que se justifica pela sua menor trabalhabilidade e maior dificuldade de compactação.

Dado que o cimento reciclado está associado a maior exigência de água, as argamassas de igual a/l com maior percentagem de incorporação deste ligante apresentaram pior trabalhabilidade ou, para a mesma trabalhabilidade, requereram maior água de amassadura com conseqüente aumento do a/l. Ainda assim, para percentagens de incorporação de até 20% de cimento reciclado, a alteração de trabalhabilidade foi pouco significativa. As melhores trabalhabilidades foram obtidas para cimento tratado entre 600°C e 700°C. Para temperaturas inferiores as misturas foram difíceis de trabalhar e apresentaram pouca coesão entre os seus constituintes. Para temperaturas superiores a 700 °C, o aumento significativo de CaO conduziu a uma elevada exigência de água.

A variabilidade dos resultados de caracterização mecânica foi independente da composição e tipo de ligante, obtendo-se coeficientes de variação dentro do intervalo esperado para estes ensaios.

Em geral, a resistência mecânica diminui para percentagens de incorporação de cimento reciclado superiores a 20%. A menor reatividade do cimento reciclado do que do CPN e a maior exigência de água das argamassas com este ligante justificam essa tendência. No entanto, à semelhança do observado por outros autores, para percentagens de substituição até 20%, a resistência mecânica até 7 dias de idade pôde ser inclusivamente melhor. Isso justifica-se essencialmente pelo efeito de nucleação proporcionado pelo ligante.

Tendo em consideração idêntica relação a/l, no presente trabalho foi possível alcançar resistências no cimento reciclado semelhantes ou superiores à reportada por outros autores, atingindo-se 23 MPa aos 28 dias para a/l de 0,67. Por sua vez, para uma relação a/l de 0,58, a resistência alcançada foi de 27 MPa aos 28 dias.

Tendo em conta argamassas de diferente composição, constata-se que a eficiência do cimento reciclado, para 100% de incorporação, não foi significativamente afetada pela relação a/l. No entanto, para percentagens de incorporação até 50%, a eficiência foi maior nas argamassas de maior compacidade e adição de superplastificante. Os resultados sugerem que poderá ocorrer uma espécie de patamar limite de resistência em argamassas de elevada compacidade.

Uma importante conclusão deste trabalho é que foi possível produzir ligantes com reduções significativas de emissões de CO₂, enquadráveis nas várias classes comuns de resistência do cimento. Para cimentos tratados a 700 °C e dimensão máxima até 125 µm, os ligantes com 20%, 50% ou 100% deste constituinte podem ser classificados na classe 52,5, 42,5 e 32,5, respetivamente.

A reduzida trabalhabilidade e o curto tempo de presa são ainda dois obstáculos à utilização deste cimento. Ao contrário do referido por outros autores, verificou-se um crescimento mais lento da resistência, que também contrariam as curvas de evolução do calor de hidratação obtidas no presente estudo. Apenas nos cimentos tratados a 600 °C foi atingida uma resistência aos 3 dias de idade de cerca de 70% da verificada aos 28 dias. A maior reatividade inicial que se verifica nestes cimentos, e

que está de acordo com os resultados de calor de hidratação, deverá ter resultado da melhor desaglomeração e mais fácil dispersão atingida neste cimento.

A resistência mecânica aos 28 dias aumentou com a temperatura de ativação até 800°C, diminuindo ligeiramente para 900°C. Esta tendência, que é também documentada por outros autores, pode ser atribuída à alteração ocorrida no grau de cristalinidade e reatividade dos compostos formados, nomeadamente do tipo de silicatos bicálcicos. Para temperaturas inferiores a 500°C, o cimento reciclado manifestou fraca capacidade reativa, desenvolvendo reduzida resistência mecânica.

Constatou-se uma perda de eficiência dos cimentos reciclados ao longo do tempo de armazenamento, que parece estar relacionado com a reidratação parcial da superfície das partículas e a sua consequente aglomeração. Conclui-se que devido à natureza mais reativa dos seus componentes e à presença de cal livre, os cimentos reciclados tendem a ser mais suscetíveis às condições de armazenamento. Como esperado, o cimento não tratado, para incorporações até 20%, demonstrou incapacidade reativa. No entanto, foi possível confirmar a sua capacidade de filler e nucleação em idades jovens.

A redução da finura do cimento reciclado de 45-125 µm para dimensão inferior a 45 µm, não afetou positivamente a resistência mecânica. A maior dificuldade de dispersão eventualmente associada aos cimentos mais finos e o facto de a granulometria do cimento diminuir após tratamento térmico, justifica estes resultados.

5.3 Desenvolvimentos futuros

A realização do presente trabalho permitiu aprofundar o nível de conhecimento do domínio da produção de cimentos reciclados. Porém, a investigação realizada é ainda muito escassa, existindo várias dúvidas ao nível da hidratação, microestrutura e principais propriedades de argamassas e betões com cimentos reciclados. Assim, sugerem-se alguns temas de desenvolvimento futuro, que são neste momento alvo de análise no projeto de investigação em que se inseriu o presente trabalho:

- Contornar o problema do reduzido tempo de presa e baixa trabalhabilidade dos cimentos reciclados, bem como o desenvolvimento inicial de elevados calores de hidratação;
- Identificação das várias fases criadas nos cimentos reciclados e análise e monitorização do desenvolvimento subsequente dos produtos de hidratação;
- Caracterização microestrutural da matriz cimentícia desenvolvida a várias idades na presença de cimentos reciclados;
- Produção e caracterização no estado fresco e endurecido de argamassas e betões produzidos com cimento reciclado;
- Análise da influência dos cimentos reciclados no comportamento diferido de argamassas e betões;
- Análise da durabilidade de betões produzidos com incorporação de cimento reciclado;
- Análise da influência da introdução de adições minerais em misturas cimentícias produzidas com cimento reciclado.

6 Bibliografia

Almeida, J. M. A. d., 2017. *Dissertação- Comportamento em altas temperaturas e na reidratação de concretos convencional e com cinza de casca de arroz*, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre: s.n.

Alonso, C. & Fernandez, L., 2004. Dehydration and rehydration process of cement paste exposed to high temperature environments. *Journal of Materials Science* 39, pp. 3015-3024.

Angulo, S. C. et al., s.d. *Rehydration of cement fines: A TG/Calorimetry study*. Institute for Technological Research, São Paulo.

Directiva 2009/29/CE do Parlamento Europeu e do Conselho. *Jornal Oficial da União Europeia*, 2009.

Barros, R. C. & Caraslindas, H., 2004. *Degradação das Propriedades Mecânicas do Betão Exposto a Altas Temeperaturas*. Porto.

Bogas , J., Carriço, A. & Pereira, M., 2019. Mechanical characterization of thermal activated low-carbon recycled cement mortars. *Journal of Clear Production*, pp. 377-389.

Cánovas, M., 1988. *Patologia e Terapia do Concreto Armado*. São Paulo: PINI.

Castellote, M. et al., 2004. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research* 34, pp. 1633-1644.

Chromá, M. et al., 2011. *Concrete Rehydration after Heating to temperatures of up to 1200°C*. Czech Republic, Brno University of Technology.

Costa, E. B. d. et al., 2013. Clínquer Portland com reduzido impacto ambiental. *Ambiente Construção vol.13 no.2 Porto Alegre*, Junho.

Coutinho, A. d. S., 1988. *Fabrico e Propriedades do Betão, Volume 1*. s.l.:LNEC.

Coutinho, J. d. S., 2006. *Materiais de Construção 2: Ligantes e Caldas*. Porto: FEUP - Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.

Domone, P., 1994. Concrete - Constituent materials of concrete - Chapter 13. Em: *Constuction Materials, their nature and behaviour*. s.l.:J.M. Illston, E&FN Spon.

EN 1015-3:1999/A2:2006 - "Determinação da consistência de argamassas pelo método da mesa de espalhamento".

EN 1015-6:1998/A1:2006 - "Determinação da massa volúmica de argamassas".

EN 1015-11:1999/A1:2006 - "Determinação da resistência à flexão e da resistência à compressão em argamassas".

EN 196-11 (2018): Determinação do calor de hidratação libertado durante a mistura de cimento e água.

EN 197-1 (2001): "Limites mínimos e máximos para os tempos de presa dos cimentos reciclados".

Fernandes, B., Gil, A. M., Bolina, F. L. & Tutikian, B. F., 2017. Microestrutura do concreto submetido a altas temperaturas físico-químicas e técnicas de análise. *Revista Ibracon de Estruturas e Materiais*, Volume 10, Numero 4 , pp. 838-863.

Gomes, A., Pinto, A. P. F. & Bessa, P., 2013. *Cimento Portland e Adições*.

Gursel, A. P., Masanet, E., Horvath, A. & Stadel, A., 2014. Life-cycle inventory of concrete production: A critical review. *Cement & Concrete Composites* 51, pp. 38-48.

Hager, I., 2013. Behaviour of cement concrete at high temperature. *Bulletin of the Polish Academy of science, Technical Science*.

Kajaste, R. & Hurme, M., 2016. Cement industry greenhouse gas emissions - management options and abatement cost. *Journal of Cleaner Production* 112, pp. 4041-4052.

Letelier, V., Tarela, E., Muñoz, P. & Moriconi, G., 2017. Combined effects of recycled hydrated cement and recycled aggregates on the mechanical properties of concrete. *Construction and Building Materials* 132, pp. 365-375.

Lima, R., Kirchhof, L., Casonato, C. & Silva Filho, L., 2004. Efeito de Altas Temperaturas no Concreto. *II Seminário de Patologia das Edificações*.

Lima, R., Silva Filho, L. & Casonato, C., 2003. Improving the high performance concrete (HPC) behavior in high temperatures.. *Materials de Construcción*, pp. 17-26.

Lothenbach, B., Le Saout, G., Gallucci, E. & Scrivener, K., 2008. Influence of limestone on the hydration of Portland cements. *Cement and Concrete Research* 38, pp. 848-860.

LNEC E64 (1979) - Determinação da massa volúmica de um cimento.

Metha, P. & Monteiro, P., 1994. *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*. São Paulo: PINI.

Mindness, S., Young, J. F. & Darwin, D., 2003. *Concrete - Second Edition*. s.l.:Prentice Hall, Pearson Education.

Neville, A., 1923. *Propriedades do Concreto*. São Paulo: PINI.

Neville, A., 1997. *Propriedades do Concreto*. Trad. de Salvador E. Giammusso. 2 ed. São Paulo: PINI.

Nobre, T. R. S., 2016. *Reidratação de pastas de cimento Portland desidratadas*. São Paulo, s.n.

Novak, J. & Kohoutkova, A., 2018. Mechanical properties of concrete composites subject to elevated temperatures. *Fire Safety Journal* 95, pp. 66-76.

NP 955 - "Inertes para argamassas e betões. Determinação da baridade".

NP 12390, LNEC E 233 - "Análise granulométrica - Método de Peneiração".

NP EN 12350: "Ensaio do betão fresco, 2003".

NP EN 12390: "Ensaio do betão no estado endurecido".

NP EN 12350-2: "Ensaio de abaixamento do betão fresco".

NP EN 196-3 - "Métodos de ensaio de cimentos. Determinação do tempo de presa e da expansibilidade".

Odler, I., 1998. *Hydration, setting and hardening of Portland cement*. Londres,

Ogbeide, S., s.d. Developing an optimization model for CO2 reduction in cement production process. *Journal of Eng. Science Technol Rev* 3 (1), pp. 85-88.

Owaid, H. M., Hamid, B. R. & Taha, M. R., 2012. A review of sustainable supplementary cementitious materials as an alternative to all-portland cement mortar and concrete. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences: Vol.6*, Setembro, pp. 287-303.

Paulon, V. A., 1998. *Durabilidade do Concreto - Avanços da Tecnologia*. Campinas, São Paulo, s.n.

Restuccia, L., Spoto, C., Ferro, G. A. & Tulliani, J.-M., 2016. Recycled Mortars with C&D Waste. *Procedia Structural Integrity* 2 , pp. 2896-2904.

Scrivener, Lothenbach, B., Le Saout, G. & Galluci, E., 2008. Influence of lime-stone on the hydration of Portland cements. *Construction and building materials*.

Serpell, R. & Lopez, M., 2013. Reactivated cementitious materials from hydrated cement paste wastes. *Cement & Concrete Composites*, pp. 104-114.

Shui, Z. et al., 2009. Cementitious characteristics of hydrated cement paste subjected to various dehydration temperatures. *Construction and Building Materials* 23, pp. 531-537.

Shui, Z., Xuan, D., Wan, H. & Cao, B., 2008. Rehydration reactivity of recycled mortar from concrete waste experienced to thermal treatment. *Construction and Building Materials* 22, pp. 1723-1729.

Souza, A. A. A. d. & Moreno Jr., A. L., 2010. Efeito de altas temperaturas na resistência à compressão, resistência à tração e módulo de deformação do concreto. *Revista Ibracon de Estruturas e Materiais*, Volume Volume 3, Numero 4, pp. 432-448.

Taylor, H. F. W., 1990. *Cement Chemistry*. Londres: Academic Press.

Wang, J., Liu, Y. & Mu, M., 2018. Recycled cement. *Construction and Building Materials*, pp. 1124-1132.

Xinwei, M., Zhaoxiang, H. & Xueying, L., 2010. *Reactivity of Dehydrated Cement Paste from Waste Concrete Subjected to Heat Treatment*. Università Politecnica delle Marche, Ancona, Itália.

Yang, K.-H., Jung, Y.-B., Cho, M.-S. & Tae, S.-H., 2015. Effect of supplementary cementitious materials on reduction of CO₂ emissions from concrete. *Journal of Cleaner Production* 103, pp. 774-783.

Yu, R. & Shui, Z., 2013. Influence of agglomeration of a recycled cement additive on the hydration and microstructure development of cement based materials. *Construction and building materials*, Volume 49, pp. 841-851.

Zhang, J., Lu, B., Shi, C. & Wang, J., 2018. Effects of carbonated hardened cement paste powder on hydration and microstructure of Portland cement. *Construction and Building Materials*, Volume 186, pp. 699-708.

ANEXOS

A.1 Designação simplificada dos constituintes maioritários do Clínquer

Designação	Constituição química	Abreviatura
Cal (óxido de Cálcio)	CaO	C
Sílica (dióxido de Silício)	SiO ₂	S
Alumina (óxido de Alumínio)	Al ₂ O ₃	A
Óxido de Ferro	Fe ₂ O ₃	F
Água	H ₂ O	A
Silicato tricálcio	3CaO.SiO ₂	C ₃ S
Silicato bicálcio	2CaO.SiO ₂	C ₂ S
Aluminato tricálcio	3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A
Aluminato tetracálcio	4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃ .	C ₄ AF

Figura A1. 1: Designações simplificadas dos compostos maioritários do clínquer e de alguns compostos mencionados.

A.2 Análise DRX que complementa a literatura.

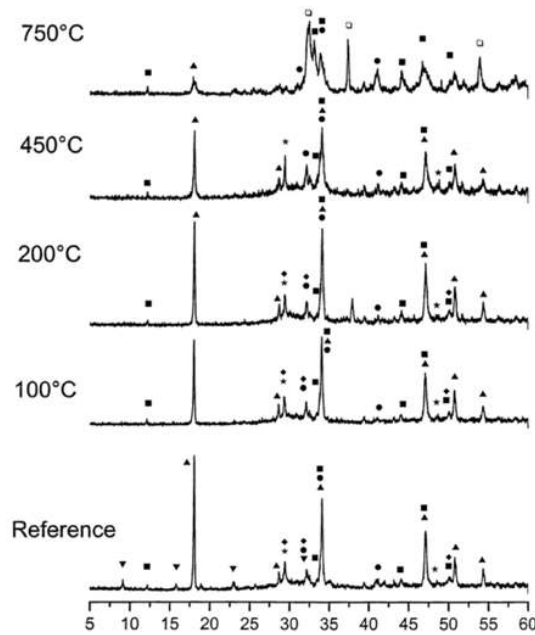


Figura A2. 1: Difração de raios x do betão desde a temperatura ambiente até às temperaturas previstas. C₂S (•); Portandite (Δ); Calcite (*); $Ca_2[(Al,Fe)_2O_5]$ (■); Etringite (∇); $Ca_{1.5}[(Si)_{3.5}xH_2O]$ (◐); cal (◑) (Alonso & Fernandez, 2004)

A.3. Curvas granulométricas das areias fina e grossa e respetivas análises granulométricas.

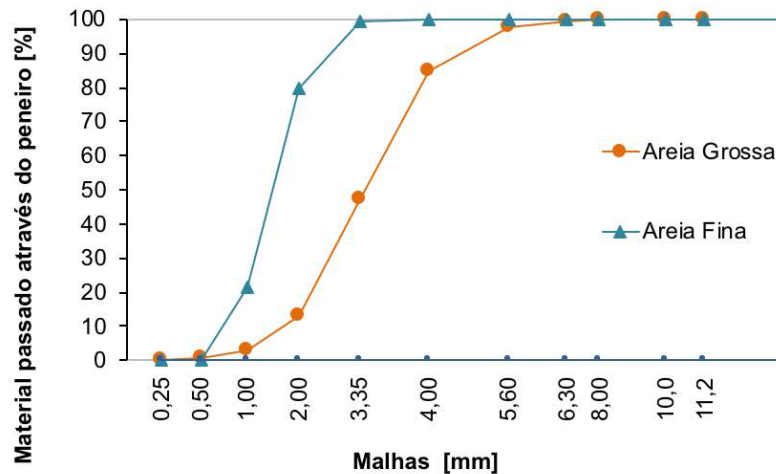


Figura A3. 1: Curvas granulométricas das areias fina e grossa utilizadas para a produção da pasta de origem e das argamassas.

Tabela A3 1: Análise granulométrica das areias utilizadas

Peneiro [mm]	6,3	4	2	1	0,5	0,25	0,125	Fundo
Material retido [%] de areia grossa	0,7	1,7	12,6	37,8	34,0	10,1	2,6	0,5
Material retido [%] de areia fina	-	-	-	0,7	19,6	58,0	21,4	0,3

A.4. Misturadora utilizada na produção de pastas e argamassas.



Figura A.4 1: Mistura de eixo vertical com dispositivo automático para controlo dos tempos de amassadura, utilizada para produção de pastas e argamassas.

A.5. Aparelho de Vicat utilizada para obtenção da consistência normal de pastas e tempos de presa.



Figura A5. 1: Aparelho de Vicat utilizado para determinação de tempos de presa e consistências normais em pastas, munido de agulha.

A.6. Esquema do aparelho de *Le Châtelier* utilizado para determinação do índice de expansibilidade.

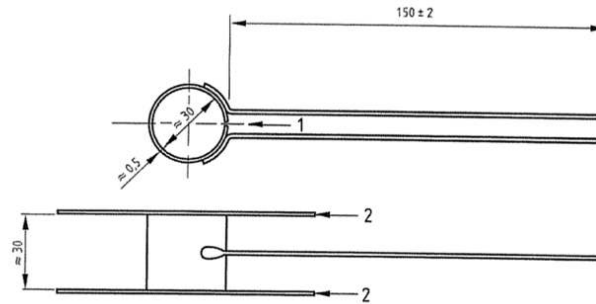


Figura A6. 1: Esquema do aparelho de *Le Châtelier* (1) provido de placas de base (2), para realização do ensaio de expansibilidade.

A.7. Difração de raio X (DRX)

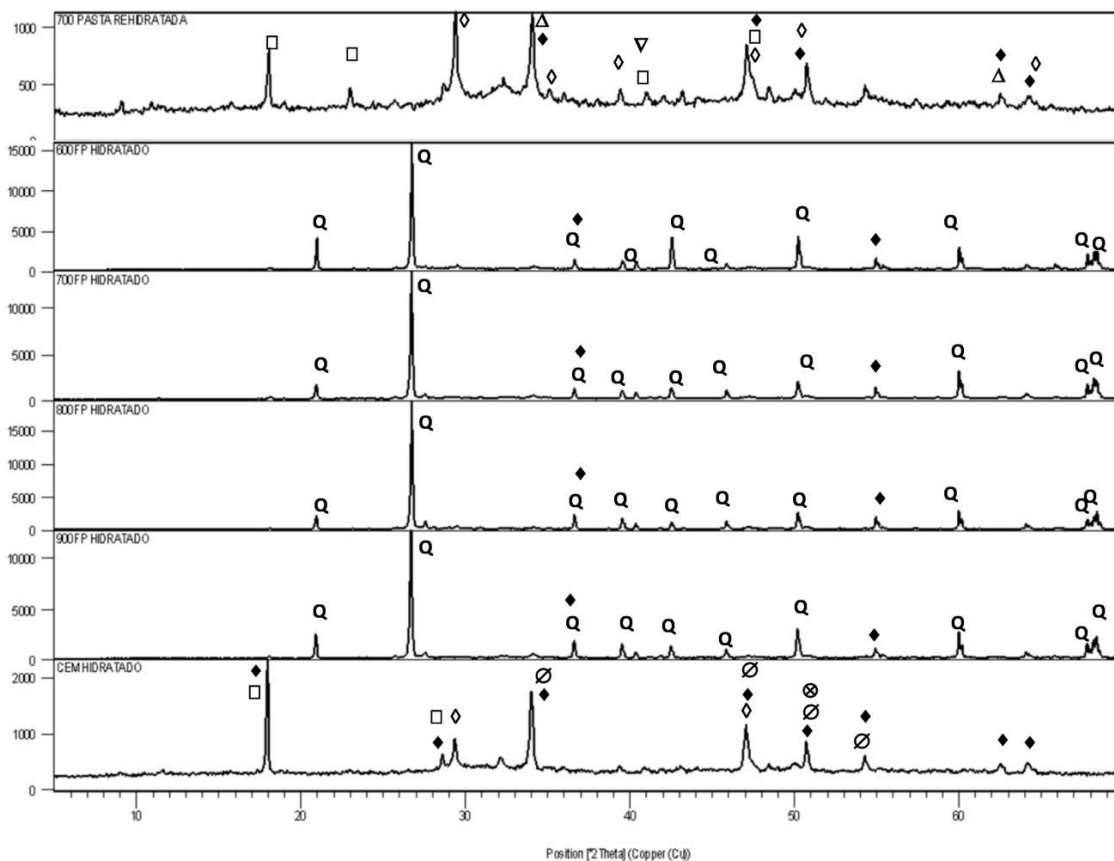


Figura A7. 1: Análise DRX para Pasta reidratada constituída por material 700CP e $a/l=0,67$ com 3 dias de idade; argamassa 600FP (3 dias de idade); argamassa 700FP (3 dias de idade); argamassa 800FP (3 dias de idade); argamassa 900FP (3 dias de idade); Pasta de origem. Legenda: ♦ - Portlandite; ▽ - CaO; ∅ - Brownmillerite; ⊗ - Larnite; □ - Etringite; • - Silicatos de cálcio hidratados; ◇ - Calcite; σ - silicatos de cálcio; Q - Quartz, Δ: Aluminato Cálcio.

A.8. Resultados das resistências à compressão e flexão e respectivos coeficientes de variação.

Tabela A8. 1: Resultados das resistências à compressão e à flexão e respectivos coeficientes de variação para as argamassas, aos 3 dias

Composição	a/l	Flexão				Compressão			
		F [KN]	fcti [Mpa]	fctm [Mpa]	C.V [%]	F [KN]	fctm [Mpa]	C.V [%]	
100%CEM.CN	0,50	1,672	3,9			41,89	X		
		2,093	4,9	4,6	12,6	45,75	X	26,6	6,8
		2,108	4,9			40,17	X		
80%CEM+20%CP.CN	0,50	2,31	5,4			55,14	X		
		2,81	6,6	6,1	10,2	49,9	X	33,2	5,3
		2,713	6,4			54,26	X		
50%CEM+50%CP.CN	0,56	1,607	3,8			29,53	X		
		1,157	2,7	3,3	16,2	28,61	X	18,1	1,9
		1,436	3,4			28,51	X		
100%CP.CN	0,67	0,443	1			4,55	X		
		0,617	1,4	1,3	19,2	5,08	X	3,4	14,6
		0,644	1,5			6,04	X		
100%CEM.HW	0,67	1,725	4			24,93	24,81		
		1,679	3,9	3,9	4,1	29,95	29,97	17,5	8,7
		1,59	3,7			28,76	29,34		
80%CEM+20%NT	0,50	1,875	4,4			45,38	44,47		
		2,251	4,9	4,9	9,1	43,81	42,1	27,4	2,5
		2,091	5,3			43,42	43,7		
100%CEM.MW	0,58	2,407	5,6			38,75	41,2		
		2,242	5,3	5,6	6,8	41,09	43,27	26,3	6,3
		2,569	6			41,24	46,6		
80%CEM+20%CP.MW	0,58	2,196	5,1			35,02	36,28		
		1,947	4,6	4,9	6,2	35,23	36,59	22,1	2,9
		2,136	5			35,08	33,68		
50%CEM+50%CP.MW	0,58	1,858	4,4			37,35	36,79		
		1,863	4,4	4,5	4,5	37,89	38,22	23,8	2,2
		2,011	4,7			39,01	38,78		
100%CP.MW	0,58	1,603	3,8			26,75	27,39		
		1,6	3,8	3,7	1,1	25,57	28,62	16,4	6,8
		1,572	3,7			25,89	23,38		
100%CEM.LW	0,40	3,087	7,2			77,89	79,94		
		3,354	7,9	8,1	13,2	77,24	77,56	49,1	3,2
		3,982	9,3			83,04	76,04		
80%CEM+20%CP.LW	0,40	3,361	7,9			78,4	68,74		
		3,571	8,4	8,7	11,8	76,7	70,49	46,1	5,1
		4,201	9,8			75,56	72,61		
50%CEM+50%CP.LW	0,40	2,334	5,5			55,76	57,45		
		2,915	6,8	6,3	11,6	54,74	56,76	35,2	1,8
		2,823	6,6			57,07	56,78		
400 FP	0,70	0,115	0,3			0,91	0,88		
		0,129	0,3	0,3	6	0,79	1	0,6	14,3
		0,119	0,3			1,14	1,12		
500FP	0,70	0,68	1,6			6,89	7,64		
		0,586	1,4	1,5	10,2	7,37	7,44	4,6	4,6
		0,717	1,7			6,98	7,71		
600FP	0,70	1,578	3,7			23,71	24,28		
		1,397	3,3	3,4	6,4	25,52	23,45	15,3	3,4
		1,44	3,4			24,78	25,19		
700FP	0,72	0,748	1,8			8,21	7,39		
		0,697	1,6	1,7	4,3	8,63	8	4,9	6,9
		0,694	1,6			7,36	7,36		
800FP	0,76	0,661	1,5			8,52	9,52		
		0,738	1,7	1,7	10,7	8,03	9,16	5,6	6,5
		0,82	1,9			9,21	9,42		
900FP	0,77	0,479	1,1			4,86	5,12		
		0,433	1	1,1	5,3	5,17	4,76	3,1	3,6
		0,445	1			4,95	5,19		

Tabela A8. 2: Resultados das resistências à compressão e à flexão e respectivos coeficientes de variação para as argamassas, aos 7 dias.

Composição	a/l	Flexão				Compressão			
		F [KN]	fcti [Mpa]	fctm [Mpa]	C.V [%]	F [KN]	fctm [Mpa]	C.V [%]	
100%CEM.CN	0,50	3,44	8,1			72,77	72,02		
		3,327	7,8	7,9	1,7	70,96	76,91	44,7	6,1
		3,364	7,9			64,79	X		
80%CEM+2 0%CP.CN	0,50	3,503	8,2			82,83	76,28		
		2,785	6,5	7,6	12,7	76,13	76,7	48,1	4,2
		3,498	8,2			77,42	72,76		
50%CEM+5 0%CP.CN	0,56	2,257	5,3			51,83	48,71		
		2,523	5,9	5,6	5,8	56,34	46,18	33	8,7
		2,334	5,5			56,91	56,56		
100%CP.CN	0,67	0,858	2			9,18	8,93		
		0,901	2,1	2,1	4,7	9,02	9,1	6	9,6
		0,942	2,2			10,92	10,72		
100%CEM.HW	0,67	2,818	5,1			41,57	43,71		
		2,605	6,1	5,6	9,4	42,93	44,88	27,1	2,5
		2,343	5,5			43,87	43,27		
80%CEM+2 0%NT	0,50	2,959	6,9			58,82	56,77		
		3,187	7,5	7,1	4	59,13	58,17	36	2,3
		3,004	7			57,27	55,68		
100%CEM.M W	0,58	2,832	6,6			61,47	65,12		
		3,108	7,3	7,1	5,7	62,5	62,3	39,9	3,3
		3,146	7,4			67,08	64,28		
80%CEM+2 0%CP.MW	0,58	2,93	6,9			52,12	55,93		
		3,348	7,8	7,5	7,1	49,73	49,3	32,3	4,9
		3,287	7,7			52,2	49,8		
50%CEM+5 0%CP.MW	0,58	2,463	5,8			48,7	47		
		2,609	6,1	6	3,4	46,8	45,73	29,4	2,8
		2,621	6,1			45,56	48,43		
100%CP.MW	0,58	1,954	4,6			34,43	34,8		
		1,831	4,3	4,3	7,5	34,81	34,04	21,6	2,3
		1,681	3,9			35,85	33,52		
100%CEM.LW	0,40	4,132	9,7			102,69	100,1		
		4,385	10,3	10,1	3,4	99,4	91,83	61,5	5,2
		4,391	10,3			92,34	103,4		
80%CEM+2 0%CP.LW	0,40	4,297	10,1			95,96	101,7		
		4,155	9,7	9,6	5,7	99,7	97,04	61,7	3,5
		3,842	9			94,42	103,2		
50%CEM+5 0%CP.LW	0,40	3,646	8,5			79,82	81,55		
		3,842	9	8,7	2,8	80,08	76,03	49,2	3,3
		3,688	8,6			80,12	74,95		

Tabela A8. 3: Resultados das resistências à compressão e à flexão e respectivos coeficientes de variação para as argamassas, aos 28 dias.

Composição	a/l	Flexão				Compressão			
		F [KN]	fcti [Mpa]	fctm [Mpa]	C.V [%]	F [KN]	fctm [Mpa]	C.V [%]	
100%CEM.CN	0,50	4,624	10,8			105,59	105,7		
		4,73	11,1	10,8	2,5	104,66	106,7	65,1	2,7
		4,503	10,6			98,99	103,27		
80%CEM+2 0%CP.CN	0,50	3,605	8,4			94,95	94,07		
		3,605	8,4	8,4	1,8	95,85	97,69	59,7	1,4
		3,494	8,2			95,93	94,48		
50%CEM+5 0%CP.CN	0,56	3,515	8,2			75,94	74,57		
		3,41	8	8,2	2,9	76,33	78,04	47,1	2,5
		3,617	8,5			72,46	74,57		
100%CP.CN	0,67	2,321	5,4			37,64	35,04		
		2,059	4,6	5	8,7	37,48	38	23,1	3,6
		1,967	4,8			35,72	38,24		
100%CEM.HV	0,67	3,976	9,3			74,79	69,17		
		3,556	8,3	8,7	5,9	70,54	71,92	44,2	3,4
		3,662	8,6			68,07	69,9		
80%CEM+2 0%NT	0,50	3,52	8,3			77,08	77,97		
		3,366	7,9	8,1	2,3	78,80	79,56	48,4	2,0
		3,475	8,1			75,56	76,07		
100%CEM.M W	0,58	4,138	9,7			81,77	76,53		
		3,799	8,9	9,2	4,9	79,14	85,16	51,3	4,7
		3,817	8,9			87,04	82,69		
80%CEM+2 0%CP.MW	0,58	3,321	7,8			69,14	78,78		
		3,439	8,1	8,2	6,8	69,48	73,99	45,6	4,9
		3,778	8,9			74,23	72,31		
50%CEM+5 0%CP.MW	0,58	3,199	7,5			63,13	63,75		
		3,385	7,9	7,8	3,0	60,70	66,55	39,7	3,0
		3,345	7,8			63,13	63,83		
100%CP.MW	0,58	2,843	6,7			42,16	45,64		
		2,622	6,1	6,2	6,0	40,14	40,65	27,1	6,9
		2,531	5,9			47,76	44,13		
100%CEM.LV	0,40	4,998	11,7			128,4	120,08		
		5,335	12,5	11,9	4,1	122,42	118,24	76,5	3,0
		4,954	11,6			124,3	120,52		
80%CEM+2 0%CP.LW	0,40	4,465	10,5			114,16	126,28		
		4,504	10,6	10,7	2,9	121,47	117,99	74,9	4,2
		4,715	11,1			124,3	114,41		
50%CEM+5 0%CP.LW	0,40	3,996	9,4			105,42	111,18		
		3,787	8,9	9,2	3,0	102,08	113,27	66,9	4,0
		3,991	9,4			105,61	104,62		
400 FP	0,70	0,225	0,5			2,1	2,03		
		0,207	0,5	0,5	4,2	1,76	1,86	1,2	6,9
		0,217	0,5			1,85	2,03		
500FP	0,70	1,113	2,6			14,45	14,57		
		1,188	2,8	2,6	6,5	15,03	15,30	9,3	2,3
		1,043	2,4			15,22	15,09		
600FP	0,70	1,99	4,7			33,85	34,7		
		1,878	4,4	4,6	3,9	35,26	33,75	21,6	2,4
		2,026	4,7			35,91	34,31		
700FP	0,72	1,720	4,0			25,21	25,48		
		1,632	3,8	4,0	4,8	24,87	25,75	15,9	1,7
		1,795	4,2			26,09	25,16		
800FP	0,76	1,663	3,9			42,95	39,45		
		1,725	4,0	4,0	3,0	43,51	41,91	26,4	3,4
		1,765	4,1			42,63	42,73		
900FP	0,77	2,798	6,6			41,6	37,9		
		2,59	6,1	6,3	4,0	38,01	41	24,6	4,4
		2,739	6,4			37,63	39,67		

Tabela A8. 4: Resultados das resistências à compressão e à flexão e respectivos coeficientes de variação para as argamassas, aos 90 dias.

Composição	a/l	Flexão				Compressão			
		F [KN]	fcti [Mpa]	fctm [Mpa]	C.V [%]	F [KN]	fctm [Mpa]	C.V [%]	
100%CEM.CN	0,50	4,835	11,3			127,15	132,2		
		4,984	11,7	11,6	1,8	131,98	130,17	80,9	2,1
		4,996	11,7			125,49	129,8		
80%CEM+2 0%CP.CN	0,50	4,025	9,4			113,63	114,8		
		4,279	10,0	9,6	3,8	114,80	115,71	71,3	1,0
		4,001	9,4			112,76	113		
50%CEM+5 0%CP.CN	0,56	3,891	9,1			85,11	88,72		
		3,989	9,3	9,3	1,6	89,88	93,81	56,3	4,4
		4,011	9,4			95,62	87,4		
100%CP.CN	0,67	2,445	5,7			46,47	49,12		
		2,567	6,0	5,9	2,5	48,37	50,36	30,4	2,6
		2,526	5,9			48,95	48,23		

A.9. Resistência à compressão e à flexão para idades dos 3 aos 28 dias para argamassas produzidas com a/l=0,40.

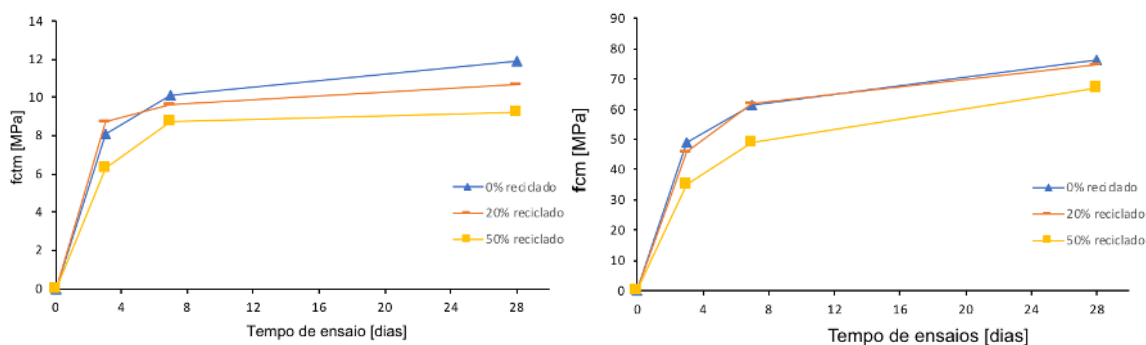


Figura A9. 1: Resistências à compressão e à flexão para idades dos 3 aos 28 dias, para as argamassas produzidas com a/l=0,40.